



Universitat de Lleida

TREBALL FINAL DE GRAU



ESCOLA
POLITÀCNICA SUPERIOR

UNIVERSITAT DE LLEIDA

INSPIRING THE FUTURE

Estudiant: Marc Bahillo Castro

Titulació: Grau en Enginyeria Química

Títol de Treball Final de Grau: **Neteja electroquímica de matrius de conformat**

Director/a: Dra. Esther Bartolí, Dra. Sílvia Molas i Dr. Amadeu Concustell

Presentació

Mes: Setembre

Any: 2019

Resum

La indústria de l'automoció fabrica una gran part de components del vehicle obtinguts mitjançant el procés d'estampació en calent per tal d'obtenir components més lleugers, més resistents i amb formes més complexes. Amb aquestes característiques permet augmentar la seguretat dels ocupants del vehicle, millorar el procés de producció augmentant la rendibilitat i reduir el pes del vehicle, fet que provocarà una disminució de les emissions de CO₂ i per tant, una millora mediambiental.

El principal mecanisme de desgast de les matrius utilitzades per a realitzar l'estampació en calent és la transferència de material de la peça a la matriu d'estampació.

En aquest treball es realitzaran assajos electroquímics amb la intenció de poder netejar aquest material que s'adhereix a les matrius d'estampació. S'ha estudiat l'acer USIBOR AISi que és l'acer més utilitzat en el procés d'estampació, realitzant proves amb l'acer sense estampar i amb l'acer després de ser estampat.

Abstract

The automotive industry manufactures a lot of vehicle components through the hot stamping process, in order to obtain components lighter, more resistant and with a more complex shape. These characteristics lead to increase a safety of the occupants of the vehicle, improve a production process, increase profitability and reduce the vehicle weight, reducing CO₂ emissions and, therefore, an environmental improvement.

This stamping process has a main means of wear in the matrices used to make the hot stamping, is the transfer of material from the piece to be stamped to the stamping matrix.

In this work, electrochemical tests will be carried out with the intention of reducing adhered material to the stamping matrices. The Usibor AISi steel which is the most used steel in the stamping process has been studied in stamped and not stamped state.

Índex

Resum	1
Abstract	2
Índex	3
Glossari	5
Introducció	6
1.1. <i>Antecedents</i>	6
1.1.1. Estampació en calent	6
1.1.2. Procés d'estampació en calent	7
1.1.3. Limitacions en el procés d'estampació en calent	8
1.1.4. Materials utilitzats per al procés d'estampació en calent	8
1.1.5. Problemàtica a estudiar	9
1.2. <i>Objectius</i>	10
Capítol 1. Procediment experimental	11
1.1. <i>Equips</i>	11
1.1.1. Serra cinta	11
1.1.2. Maquina de tall de precisió.	12
1.1.3. Soldador per punt	12
1.1.4. pH-metre	13
1.1.5. Conductímetre	14
1.1.6. Potenciostat	15
1.1.7. Microscopi òptic	16
1.1.8. Microscopi òptic 3D	17
1.1.9. Embaquelitadora	17
1.1.10. Polidora	18
1.1.11. Mesurador de gruix de recobriment	19
1.2. <i>Material</i>	19
1.3. <i>Preparació de mostres</i>	21
1.3.1. Selecció i tall de les mostres	21
1.3.2. Soldadura del fil a la proveta mitjançant soldadura de punt	24
1.3.3. segellat	25
1.3.4. Pintat de les mostres	25
1.4. <i>Preparació dels assajos electroquímics</i>	26
1.4.1. Preparació experimental	26
1.4.2. Electròlits	27

1.5. Assaig electroquímics	27
1.5.1. Potencial de circuit obert	27
1.5.2. Polarització lineal	28
1.5.3. Assaig Galvanoestàtic.....	30
Capítol 2. Resultats	32
2.1. OCP.....	<i>¡Error! Marcador no definido.</i>
2.1.1. Mostres estampades.....	32
2.1.2. Mostres no estampades.....	35
2.2. Polarització lineal.....	38
2.2.1. Mostres estampades.....	38
2.2.2. Mostres no estampades.....	45
2.3. Assaig Galvanoestàtic	53
2.3.1. Mostres estampades.....	53
2.3.2. Mostres no estampades.....	61
Discussió de resultats	68
Conclusions	72
Agraïments.....	73
Bibliografia.....	74

Glossari

Potencial de circuit obert (OCP): Potencial d'un elèctrode mesurat respecte a un elèctrode de referència quan no hi circula intensitat de corrent.

Potencial de corrosió (E_{corr}): Potencial en el qual la densitat de corrent passa de ser catòdica a ser anòdica.

Intensitat de corrosió (I_{corr}): Intensitat que circula quan s'aplica el potencial de corrosió.

Densitat de corrent de corrosió (J_{corr}): Intensitat de corrent per unitat de superfície que circula quan s'aplica el potencial de corrosió.

Introducció

1.1. Antecedents

1.1.1. Estampació en calent

La constant evolució que viuen els diferents sectors industrials durant les últimes dècades ha obligat a realitzar modificacions en els processos que s'estaven duent a terme fins ara per tal de seguir sent competitius. En el cas del sector automobilístic aquests canvis han anat enfocats en augmentar la seguretat dels ocupants del vehicle, reduir el pes del vehicle i millorar el procés de producció i per tant, augmentar la rendibilitat. Per tal d'aconseguir aquestes fites un gran nombre de parts del vehicle es fabriquen mitjançant el procés d'estampació en calent.

L'estampació en calent és un procés de conformació de xapa a alta temperatura utilitzat per conformar components més lleugers, amb formes complexes i amb altes propietats mecàniques, que permetrà augmentar la seguretat. Els principals beneficis són:

Conformat de components complexos. L'estampació en calent permet la formació de peces complexes en un sol pas. Això permet redissenyar la peça, i convertir peces que anteriorment estaven formades per diversos components en una peça d'un sol component, d'aquesta manera s'evita haver d'unir les peces mitjançant processos com la soldadura [1].

Estampació sense Springback. En processos d'estampació la peça s'extreu de l'eina de conformat un cop finalitzat el procés de deformació. En aquest procés es pot generar un canvi de forma de la peça final degut a una recuperació elàstica. Aquest fenomen fa que s'hagi de predir quina serà la geometria final de la peça, i dissenyar una eina apropiada per compensar-ho. És un problema comú en la formació d'acer d'alta resistència (HSS) i acers avançats d'alta resistència (AHSS). En el cas de l'estampació en calent aquest fenomen no apareix [2].

Per tant, l'estampació en calent té com a objectiu la realització de components més lleugers i més resistents. La seva aplicació més comuna és la fabricació de components estructurals dels automòbils (Fig.1).



Fig.1 Imatge de les zones de l'automòbil elaborades mitjançant el procés d'estampació en calent [3].

Tal i com s'observa a la Fig.1 els components que normalment són fabricats mitjançant l'estampació en calent són: pilars de carrosseria, zones del sostre, para-xocs i zones de les portes dels vehicles. Aquestes zones són de gran importància, ja que en cas de col·lisió o bolcament són les que donaran seguretat als passatgers que estan a l'interior del vehicle.

1.1.2. Procés d'estampació en calent

El procés d'estampació en calent s'inicia en unes bobines del metall que es vol utilitzar, aquestes bobines transfereixen el material a la zona de tall, on es realitzarà el segmentat de la peça donant la mida necessària per a conformar el component que es vol realitzar. Tot seguit aquestes peces es transfereixen al forn, on arribaran a una temperatura al voltant dels 900 °C durant uns minuts. Un cop han estat a la temperatura desitjada són transportades a la zona on es realitzarà l'estampació, allà la temperatura ja ha disminuït fins als 650 °C aproximadament. Un cop realitzada aquesta etapa, la mostra es manté unida a l'eina aplicant una pressió durant uns segons, en aquest procés va disminuint la temperatura fins a arribar a temperatura ambient. Un cop superat aquest procés la mostra ja pot ser extreta. A la Fig.2 es mostra un esquema del procés d'estampació.

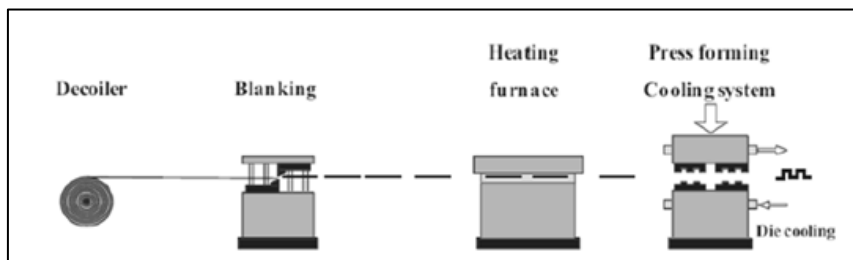


Fig.2 Esquema del procés d'estampació en calent [4].

Una línia d'estampació en calent està equipada amb:

- Sistema de calefacció: Un sistema d'escalfament que permeti arribar a temperatures de fins a 960 °C aproximadament o fins a arribar a l'austenització de l'acer.
- Sistema de refrigeració: Ha d'estar equipat amb un nombre elevat de circuits de refrigeració que puguin ser controlats a la zona de les matrius.
- Sistema automatitzat: Requereix una automatització a l'hora de moure les mostres, a causa de l'elevada temperatura a la qual arriben les peces.
- Estrictes controls de seguretat: Ha de complir amb tots els requisits de seguretat per a poder treballar amb les altes temperatures que ha d'arribar.
- Utillatges: Cal utilitzar eines amb capacitat per a treballar amb procediments d'alta temperatura i amb xocs tèrmics importants [5].

1.1.3. Limitacions en el procés d'estampació en calent

El procés d'estampació en calent té les següents limitacions:

- El tall final de la peça s'ha de fer mitjançant tall amb làser, ja que a causa de l'enduriment durant el procés d'estampació la mostra ja no pot ser tallada mitjançant les eines de tall tradicionals.
- Cost dels materials: L'acer utilitzat per a l'estampació en calent té un cost més elevat que els acers convencionals.
- L'estampació en calent és un procés d'un sol pas, per tant un cop aplicat, no se li pot aplicar altres detalls com dibuixos o sanefes perquè el material està endurit.
- L'estampació en calent és un procés més lent que l'estampació en fred.
- Només es poden utilitzar un nombre limitat de materials [5].

1.1.4. Materials utilitzats per al procés d'estampació en calent

L'estampació en calent pot ser dut a terme utilitzant xapes d'acer amb recobriment o sense recobriment. En el cas de les xapes sense recobriment cal fer-ho en una atmosfera protectora per evitar-ne l'oxidació. Tot i la utilització de l'atmosfera protectora, sempre hi ha un cert grau d'oxidació i decarburació en el procés de passar la mostra del forn a la premsa. L'ús de l'atmosfera protectora industrialment no és rendible per aquest motiu que en la gran majoria de casos s'utilitza acer recobert per a l'estampació en calent [6].

L'acer més utilitzat per al procés d'estampació en calent és l'Usibor AISi, on l'acer està recobert amb una capa d'Alumini i Silici. Aquesta capa s'aplica mitjançant la immersió a alta temperatura de l'acer en un bany compost d'un 8-10% de Silici i la resta d'Alumini. Durant aquest procés es formen intermetàl·lics Al-Si-Fe. A la Fig. 3 es mostra la secció transversal de l'Usibor AISi abans del procés d'estampat on es pot observar la formació dels intermetàl·lics.

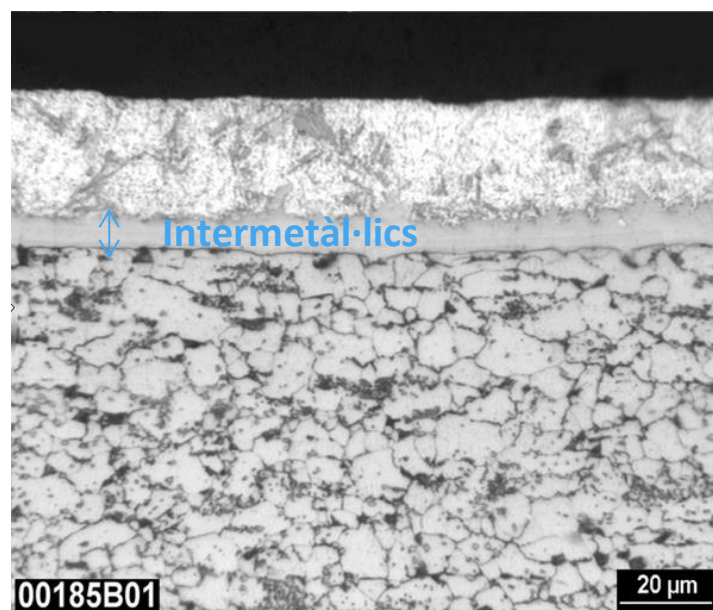


Fig.3 Secció transversal d'una xapa amb recobriment AISi no estampada [7].

Durant el tractament tèrmic, també es formen intermetàl·lics Al-Si-Fe amb un alt punt de fusió a la interfície recobrimentsubstrat, convertint-se en el nou recobriments, d'aquesta manera el recobriments no es fon. En aquesta etapa es formen diferents òxids en la superfície del material.

Aquest recobriments a més a més d'evitar la corrosió i la decarburació de l'acer també genera una superfície rugosa després dels tractaments tèrmics que facilitarà el procés de pintat. A la Fig. 4 es mostra la imatge d'un component fabricat per estampació en calent amb el recobriments AlSi (imatge esquerra) i la imatge de la secció transversal del component (Imatge dreta).

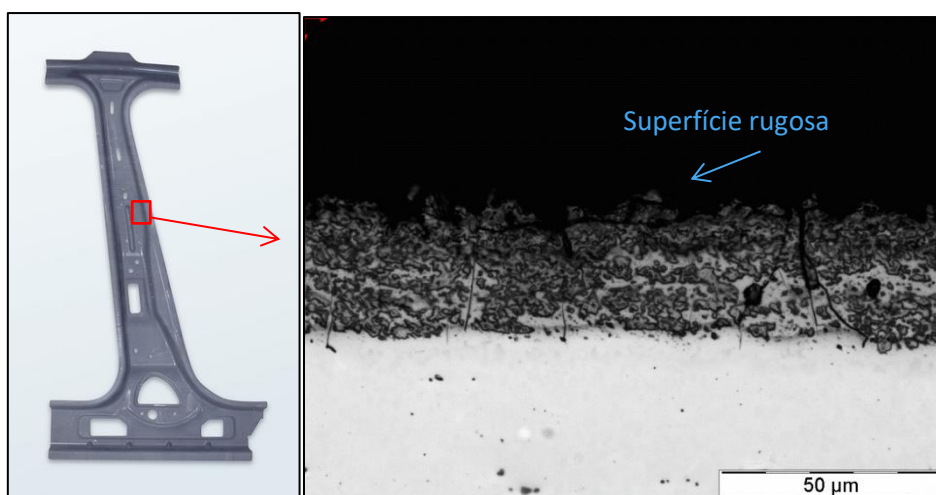


Fig. 4 Secció transversal d'un component fabricat per estampació en calent amb el recobriments AlSi [7].

L'ús d'aquest material comporta unes limitacions, ja que el recobriments AlSi pot assolir una menor deformació que el material que cobreix, això provoca unes limitacions en la conformació. Un altre inconvenient de l'ús del recobriments AlSi és que aquest recobriments està en contacte amb l'eina d'estampació, i això provoca el desgast de la matriu d'estampació [8].

1.1.5. Problemàtica a estudiar

Les eines utilitzades per a l'estampació en calent de l'acer treballen en unes condicions molt severes, ja que han de treballar a temperatures molt altes (850-950°C), amb altes càrregues mecàniques i cicles tèrmics elevats.

Però el factor més sever que afecta el desgast de les eines utilitzades en l'estampació en calent és la transferència de material del recobriments de la xapa metàl·lica a l'eina d'estampació.

Aquesta transferència de material provoca una acumulació d'Alumini i Silici en formes irregulars a la superfície de l'eina, creant la necessitat de fer un manteniment molt continuat al llarg de la producció. Aquest manteniment es fa polint l'eina, per tal d'eliminar o minimitzar aquests residus provinents del recobriments de la xapa. A la Fig.5 es mostra un esquema de la problemàtica descrita [9].

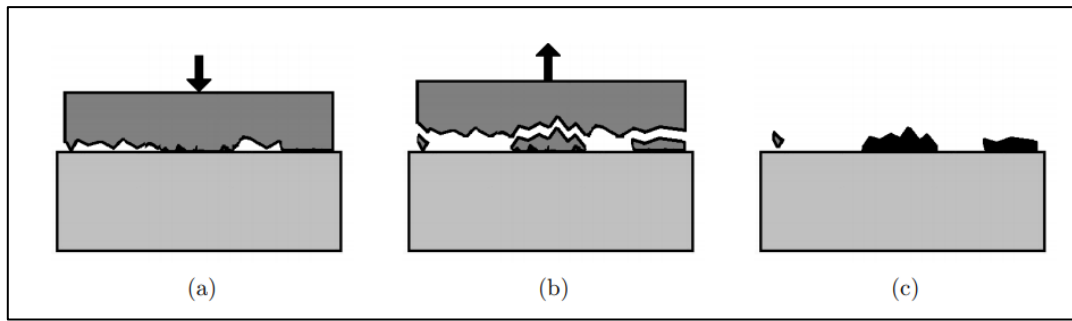


Fig.5 Esquema de la transferència de material de la xapa a la eina [4].

1.2. Objectius

Els principals objectius d'aquest treball són els següents.

Establir un mètode electroquímic de neteja de matrius de conformat. L'objectiu principal d'aquest treball és establir un mètode electroquímic per a poder eliminar tot el material transferit del recobriment de la xapa metàl·lica a l'eina d'estampació en calent.

Determinar les condicions electroquímiques necessàries per a la dissolució d'òxids d'alumini i de silici sense afectar els acers utilitzats per a fabricar les matrius de conformat. Un cop establert el mètode que permet netejar la superfície de les eines d'estampació en calent, cal optimitzar els paràmetres per tal d'eliminar el material transferit, però sense afectar el material del qual està fabricat.

Establir un mètode per a la caracterització de la superfície de les matrius de conformat abans i després de la neteja electroquímica. Per tal de poder determinar si estem realitzant la neteja correctament i sense afectar el material base, cal establir uns paràmetres per a caracteritzar la superfície, que donarà informació de l'evolució que ha tingut la superfície abans i després de la neteja electroquímica.

Capítol 1. Procediment experimental

En aquest treball s'estudia l'acer Usibor amb recobriment AlSi on es vol desenvolupar un procés electroquímic per tal d'afavorir l'eliminació del recobriment.

Per tal de poder realitzar els assajos electroquímics s'han d'extreure les provetes dels materials que es volen estudiar i preparar les mostres. A continuació hi ha una descripció dels equips utilitzats tant en la preparació de les mostres com dels assajos que s'han realitzat.

1.1. Equips

1.1.1. Serra cinta

La serra cinta és una eina de tall utilitzada per a acers i ferro. Està equipada amb un equip de refrigeració que va afegint taladrina sobre la mostra per evitar un augment elevat de la temperatura de la mostra. La mostra queda subjectada mitjançant una mordassa. A la Fig.6 es mostra una imatge de la serra cinta utilitzada [10].



Fig. 6 Imatge de la serra cinta [10].

La serra cinta és de la marca MG i el model és K-260, té les següents especificacions (Taula 1):

Dimensions de la cinta	2150x27x0.9 mm
Motor	0.9HP / 1.2HP
Velocitat de tall	40/80 mt/min
Bomba de la taladrina	0.16 Hp
Pes	240 kg
Dimensions	1400x850x1750

Taula.1 Especificacions de la serra cinta

1.1.2. Maquina de tall de precisió.

És una eina de tall que permet fer talls amb precisió. Aquest equip permet fer talls de manera automàtica, introduint la velocitat de tall, les revolucions per minut (RPM) de gir del disc i la llargada de tall que volem. Permet subjectar la mostra mitjançant una mordassa. Està equipada amb un equip de refrigeració que aboca taladrina sobre la mostra mentre es realitza el tall. A la Fig.7 es mostra una imatge de la màquina de tall de precisió.



Fig. 7 Imatge de la maquina de tall de precisió [11]

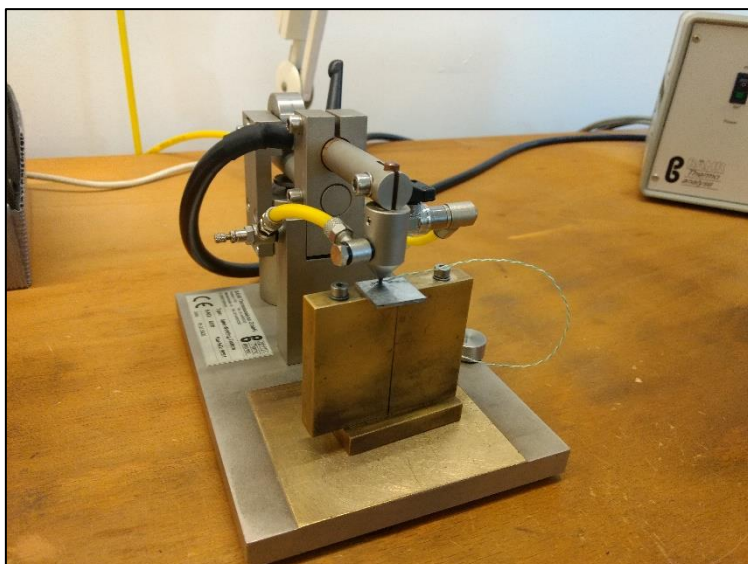
La màquina de tall de precisió és de la marca Struers, i el model és el secotom-10.

1.1.3. Soldador per punt

El soldador per punt permet fer una soldadura de manera ràpida i neta. Consisteix a aplicar un corrent elèctric causant un escalfament del material que es vol soldar a temperatures properes a les de fusió de manera que, mitjançant aquesta temperatura i la pressió que s'exerceix entre els materials que es volen soldar permet realitzar un punt de soldadura. Aquest tipus de soldadura no requereix un material d'aportació per a realitzar la unió.

Aquest equip està format per un transformador elèctric, que és el que generarà la intensitat de corrent, i el sistema d'unió que exercirà la pressió necessària per a la unió de les dues peces. A la Fig.8 es pot veure els dos components que formen el soldador per punt.

L'equip és de la marca Bähr thermo analyse.



Sistema d'unió



Transformador elèctric

Fig. 8 Imatge dels components que formen el soldador per punt.

1.1.4. pH-metre

El pH-metre és un equip que permet mesurar el pH d'una dissolució líquida mitjançant una sonda específica. Està format per un elèctrode de referència i un elèctrode de vidre que són immersos a la dissolució que es vol mesurar el pH. A l'interior de l'elèctrode de vidre conté una dissolució on el voltatge és constant, ja que es manté el seu pH constant (pH 7) de manera que la diferència de potencial només depèn del pH del medi extern. A l'interior de l'elèctrode hi ha un filferro d'Ag/AgCl que condueix aquesta diferència de potencial fins a un amplificador que ens tradueix aquest potencial en un valor de pH. A la Fig.9 es mostra una imatge de l'equip utilitzat per la determinació del pH. L'equip va equipat amb una sonda de temperatura [12].



Fig.9 Imatge de el pH-metre [13]

L'equip utilitzat és de la marca Hanna Instrument i el model és HI221. A la següent taula es mostren les característiques de l'equip (Taula 2):

Rang de pH	-2.00 a 16.00
Rang de temperatura	-20°C a 120°C
Resolució	0.01
Elèctrode de pH	HI1131P glass body
Sensor de temperatura	HI 7669/2W

Taula 2. Característiques del pH-metre [14]

1.1.5. Conductímetre

El conductímetre és un aparell que permet mesurar la resistència elèctrica que exerceix un volum d'una dissolució entre dos elèctrodes. Permet mesurar valors compresos entre 0.001 $\mu\text{S}/\text{cm}$ fins a 1000 mS/cm . A la Fig. 10 es mostra una imatge del conductímetre utilitzat.



Fig. 10 Imatge del conductímetre

L'equip utilitzat es de la marca Crison i el model és el MM41 [15].

1.1.6. Potenciostat

El Potenciostat és un aparell que permet realitzar experiments electroquímics. És capaç de mesurar i controlar el potencial i la intensitat aplicada a una mostra dins d'una cel·la electroquímica detectant canvis a la seva superfície. Permet aplicar un potencial o rang de potencials en un temps registrant la variació de la intensitat. També podem aplicar una intensitat constant al llarg d'un temps determinat registrant la variació de potencial de la mostra. Està equipat amb:

Elèctrode de referència d'Ag/AgCl. Té un valor de potencial constant i conegut d'aquesta manera permet conèixer a quin potencial està el procés que estem realitzant.

Elèctrode auxiliar de Pt. Permet el pas del corrent a la mostra assajada.

Elèctrode de treball. És l'elèctrode on té lloc la reacció química que estem realitzant. En aquest cas, han estat mostres d'Usibor estampades prèviament i sense estampar.

Cel·la electroquímica: Recipient de vidre on té lloc l'assaig.

En aquest treball s'utilitza el potenciòmetre per realitzar assajos electroquímics per tal de poder dissoldre l'alumini i silici presents en el recobriment de les mostres d'Usibor. A la Fig.11 es mostra un esquema del muntatge experimental teòric.

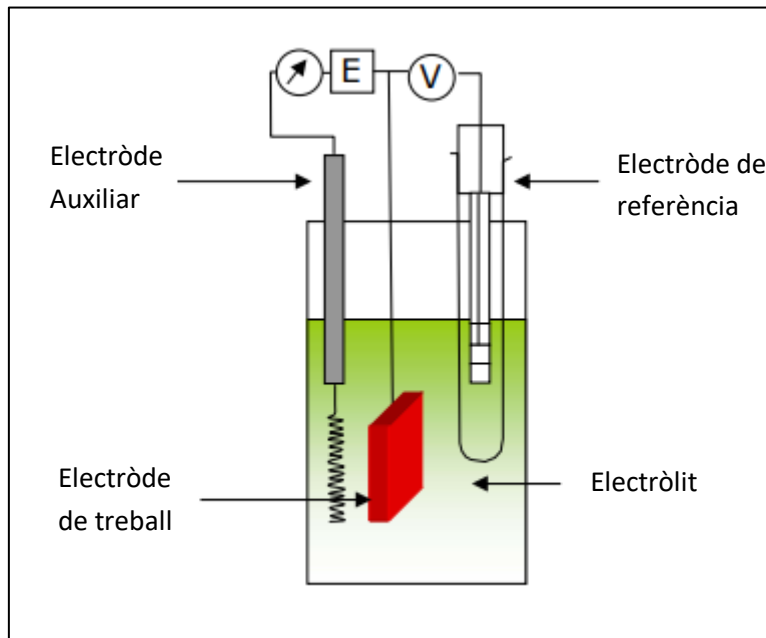


Fig. 11 Muntatge experimental d'un assaig electroquímic

A la Fig.12 es mostra una imatge del Potenciostat utilitzat.



Fig.12 Imatge del Potenciostat [16].

El equip utilitzat és de la marca Autolab i el model és el PGSTAT302N.

1.1.7. Microscopi òptic

És un equip que permet d'observar objectes de petites dimensions mitjançant un sistema òptic que dóna una imatge augmentada. Disposa d'un tambor giratori anomenat portaobjectius o revòlver, que porta objectius d'augments diferents i que té per finalitat d'emprar en cada cas aquell que sigui oportú [17]. A la Fig.13 es mostra una imatge de l'equip utilitzat.



Fig. 13 Imatge de microscopi òptic [18]

El model utilitzat és de la marca Olympus, i el model GX71.

1.1.8. Microscopi òptic 3D

És un microscopi òptic que permet fer una mesura fàcil i ràpida de la topografia de la superfície de la mostra en 3D. Realitza imatges enfocades a diferents plans i les reconstitueix creant una única imatge. Té un camp de mesura de 50 mm x 50 mm. La Fig.14 mostra la imatge de l'equip utilitzat.



Fig.14 Imatge de la Alicona.

L'equip utilitzat és de la marca Alicona, i el model utilitzat és el InfiniteFocusSL [19].

1.1.9. Embaquelitadora

L'embaquelitadora és un equip que permet embotir la mostra que volem observar amb els microscopis mitjançant una resina, per tal de tenir una fàcil manipulació de la mostra.

Per a aquest procés, s'ha de col·locar la mostra neta i seca a la premsa d'embotició en calent. Seguidament s'afegeix la resina que es vol fer servir. Dins la premsa d'embotició s'aplica una temperatura de 250 °C i una pressió d'aproximadament 250 Bars, en finalitzar el procés s'aplica aigua com a mètode de refrigeració. A la Fig.15 es mostra l'esquema de la premsa d'embotició [20] i a la Fig.16 es mostra una imatge de l'equip utilitzat.

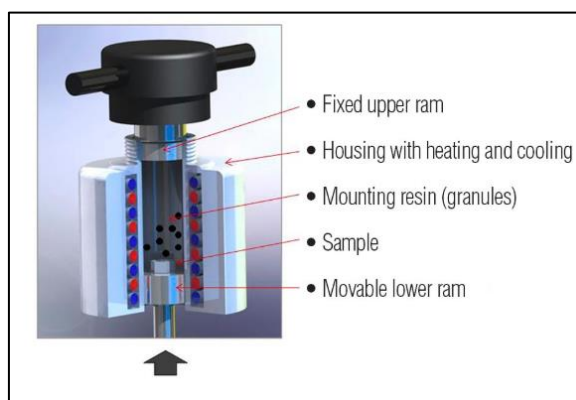


Fig.15 Esquema d'una premsa d'embotició [20].



Fig.16 Imatge de l'embaquelitadora [21].

L'equip utilitzat per a realitzar aquest procés és de la marca Buehler i el model és Simplimet 1000.

1.1.10. Polidora

És un equip que permet polir les mostres un cop embaquelitades. Sobre la platina es poden posar diferents papers de polit segons l'acabat que necessitem. Aquest equip permet escollir el temps i la pressió que volem exercir sobre la mostra de forma automatitzada. Està equipat amb un sistema de refrigeració que permet abocar sobre la mostra aigua o taladrina segons les necessitats que es tinguin. A la Fig.17 es mostra una imatge de la polidora utilitzada.



Fig.17 Imatge de la polidora [22].

L'equip utilitzat es de la marca Struers i el model es rotopol-11.

1.1.11. Mesurador de gruix de recobriment

El mesurador de gruix del recobriment permet fer una mesura del recobriment de la mostra que volem analitzar de manera no destructiva. Per tal de poder fer la lectura cal que el recobriment no sigui magnètic i el substrat del material a estudiar ha de ser ferromagnètic. Per tant, el que fa l'equip és mesurar la distància que hi ha entre la sonda i el material ferromagnètic que correspon al gruix del recobriment. A la Fig. 18 es mostra una imatge de l'equip utilitzat.



Fig. 18 Imatge del mesurador d'espessor [23].

El mesurador d'espessor utilitzat és de la marca Elcometer i el model és el 355.

1.2. Material

L'acer Usibor és un tipus d'acer d'alta resistència molt utilitzat en estampació en calent, que s'utilitzen normalment en components estructurals i de seguretat de l'automòbil. A causa del seu alt valor de resistència mecànica i a la seva ductilitat fa que sigui un material que permet absorbir molta energia en cas de rebre un impacte [7].

Els avantatges que proporciona aquest material són els següents:

- Permet aconseguir geometries complexes.
- Excel·lent resistència a la fatiga i resistència a l'impacte.
- Excel·lent resistència temporal a la corrosió després de l'estampació.

Les aplicacions en les parts de l'automòbil en les que són més utilitzades són les següents:

- Para-xocs davanters i posteriors.
- Reforços de portes.
- Reforços del pilar del parabrisa.
- Reforços del pilar B.
- Reforços de sostres.

A la Taula 3 es mostren les propietats mecàniques de l'USIBOR:

	Límit elàstic (MPa)	Resistència a la tracció (MPa)
Usibor	≥ 1050	≥ 1400

Taula 3. Propietats mecàniques de l'Usibor [7].

A la Taula 4 es mostren els valors corresponents a la composició química de l'USIBOR.

Max. C (%)	Max. Si (%)	Max. Mn (%)	Max. P (%)	Max. S (%)	Al (%)	Max. B (%)	Max. Ti + Nb (%)	Max. Cr + Mo (%)
0.25	0.4	1.4	0.03	0.01	0.01 - 0.1	0.005	0.12	1

Taula 4. Valors de la composició química del material [7].

A la Fig.19 es mostra la imatge del recobrint AlSi sobre Usibor abans del tractament tèrmic i de ser estampada, en el qual es poden apreciar les 2 capes diferenciades. Es pot apreciar el substrat, així com el recobrint format per Alumini i Silici.

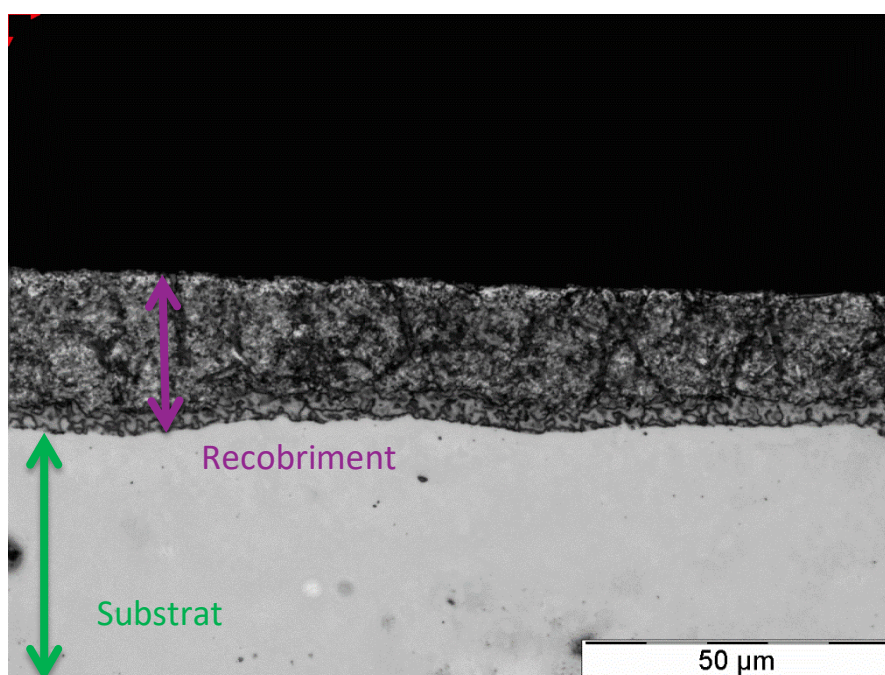


Fig. 19 Imatge del recobrint AlSi sobre USIBOR abans del tractament tèrmic.

A la Fig.20 es mostra una imatge del recobrint AlSi sobre USIBOR després del tractament tèrmic, on es pot apreciar com s'han format unes capes intermetàl·liques de Fe-Al-Si. Tal com s'observa el recobrint és més irregular, també s'han format esquerdes al llarg del recobrint.

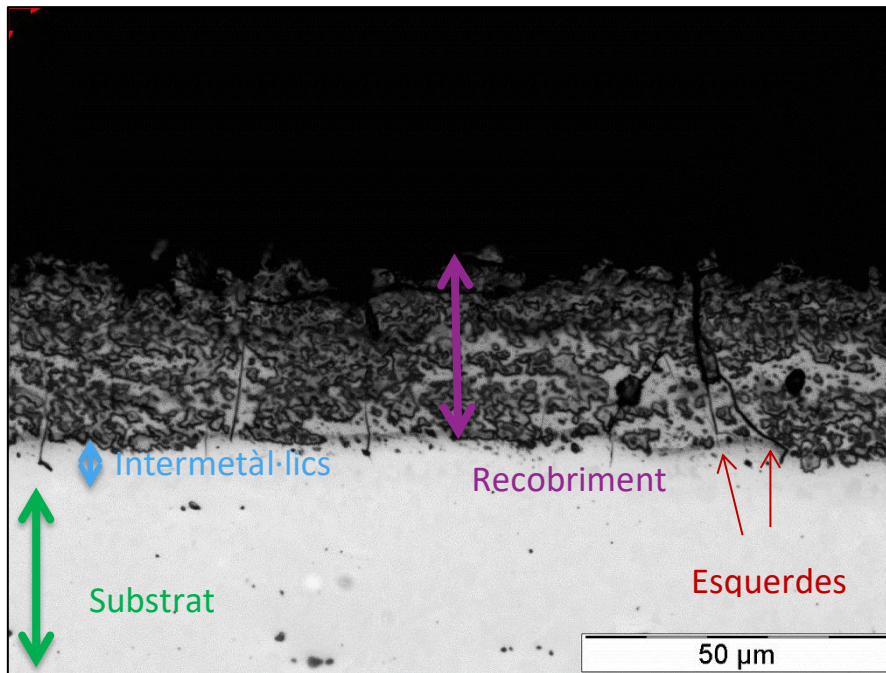


Fig.20 Imatge del recobriment del USiBOR AlSi després del tractament tèrmic

Degut a les dificultats que suposa treballar directament amb matrius de conformat i com que el material adherit a les matrius presenta una estructura i composició molt similar al recobriment d'Alumini-Silici un cop estampat, aquest estudi es centra en la dissolució de la capa d'Alumini-Silici per mitjans electroquímics en comptes de treure l'alumini-silici que s'adhereix a la matriu d'estampació.

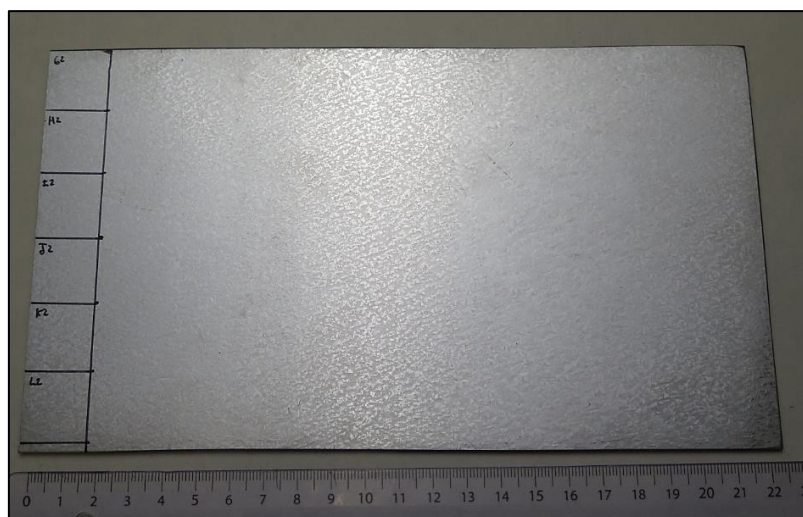
Per tant es duran a terme els assajos utilitzant mostres d'USiBOR AlSi sense tractament tèrmic (mostra no estampada) i mostres USiBOR AlSi després d'un tractament tèrmic i mecànic (mostra estampada). L'objectiu d'aquest projecte és trobar les condicions electroquímiques necessàries per eliminar el recobriment AlSi de l'acer, per tal de poder extrapolar-ho a una matriu de conformat real.

1.3. Preparació de mostres

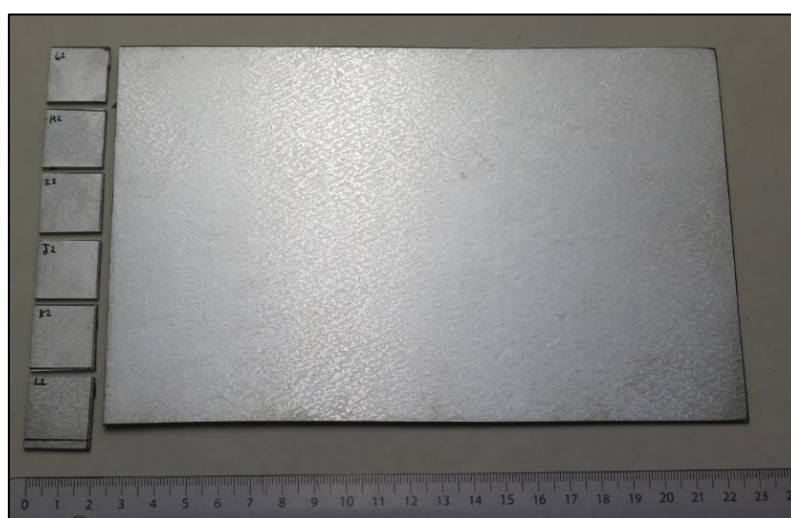
Per tal de poder connectar les mostres amb el potenciòmetre i realitzar els assajos electroquímics les mostres han de ser preparades com s'explica a continuació.

1.3.1. Selecció i tall de les mostres

Primerament s'han seleccionat les zones de les mostres que es volen estudiar. En el cas de la mostra no estampada s'han extret provetes de tota la superfície sense consideracions, ja que en el procés d'aluminització fa que el recobriment obtingut sigui homogeni i uniforme pràcticament en tota la superfície de la xapa obtinguda. A la Fig.21 es mostra un exemple d'una mostra no estampada abans i després del tall.



Abans de tallar



Després de tallar

Fig.21 Imatge de la mostra no estampada abans i després de tallar.

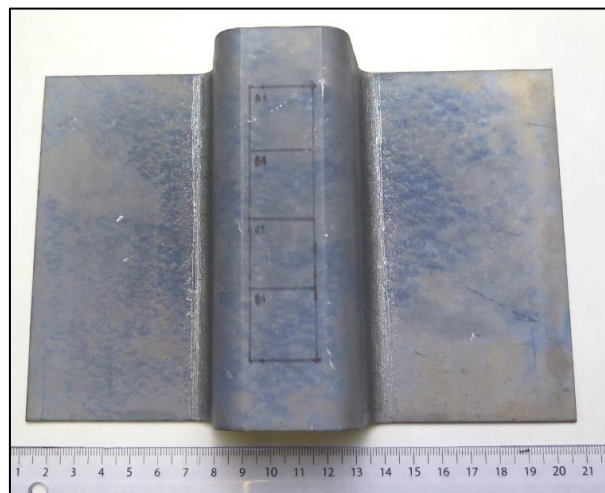
En el cas de la mostra estampada, es vol comprovar que un cop fet el tractament tèrmic tota la mostra és homogènia. Per tal de fer aquesta comprovació s'utilitza un paper de contacte entre la mostra i la matriu durant el procés d'estampació. Aquest paper canvia la intensitat de color, en aquest cas rosa, segons la pressió que rep.

Tal i com s'observa a la Fig.22, el paper presenta diferents intensitats, indicant que el contacte no és homogeni. Per tant, per tal d'obtenir resultats reproduïbles s'han seleccionat les provetes de la zona central per extreure'n les mostres, ja que com s'observa a la Fig.22 és la zona de la mostra on la intensitat de color és més forta i homogènia.

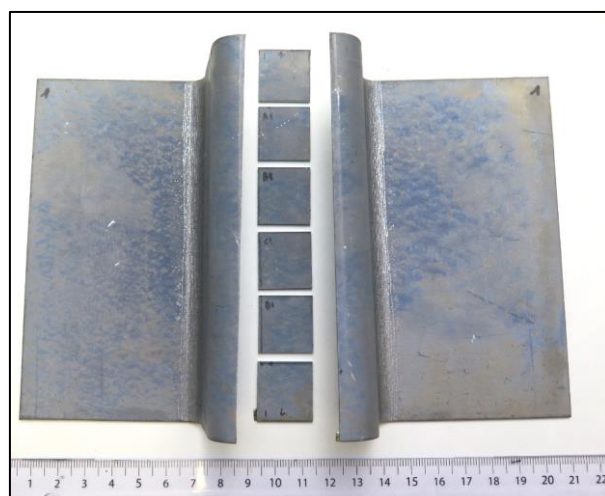


Fig.22 Imatge del paper de contacte un cop estampada la mostra

A la Fig.23 es mostra la imatge de la mostra estampada abans i després de tallar.



Abans de tallar

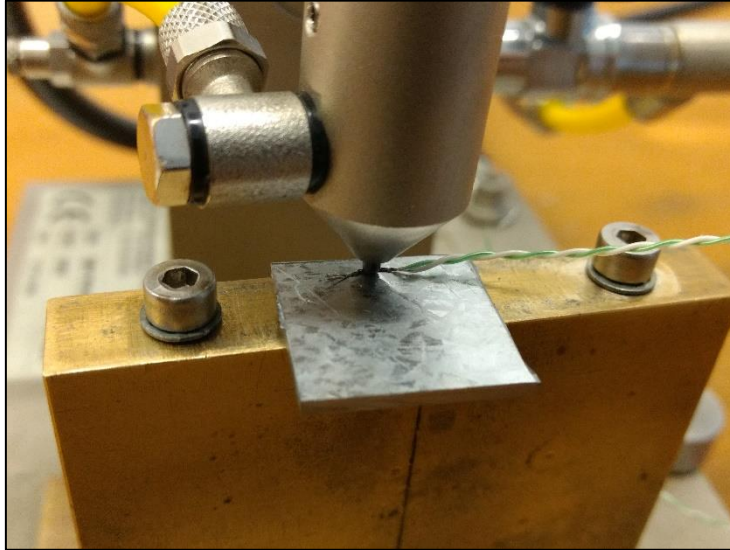


Després de tallar

Fig. 23 Imatge de la mostra estampada abans i després de tallar

1.3.2. Soldadura del fil a la proveta mitjançant soldadura de punt

Un cop obtingudes les mostres que es volen estudiar tallades, es solda el fil sobre la mostra per tal de poder connectar-lo al potenciòmetre. A la Fig.24 s'observa la mostra quan s'està aplicant una soldadura de punt i la mostra un cop està soldada.



Aplicació de la soldadura de punt



Imatge de la mostra soldada

Fig. 24 Imatge de la aplicació de la soldadura de punt i de la mostra un cop soldada

1.3.3. segellat

Seguidament, per assegurar una bona adhesió del fil soldat amb la mostra, es protegeix mitjançant una capa d'adhesiu segellador. Aquesta capa també aïlla el fil soldat del medi evitant que emmascari els resultats de potenciometria. A la Fig.25 s'observa la imatge d'una mostra segellada.

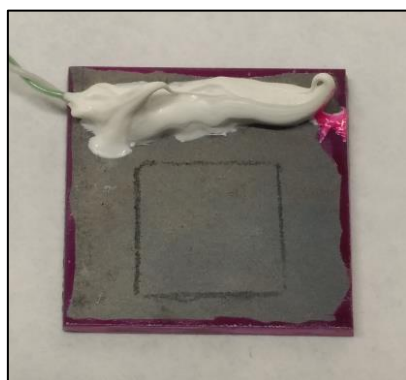


Fig.25 Imatge de la mostra un cop segellada

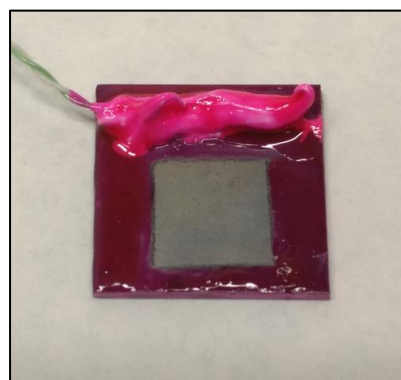
El producte utilitzat per a fer aquest procés és de la marca Ceys total tech.

1.3.4. Pintat de les mostres

Un cop s'ha assecat l'adhesiu segellador, es delimita un requadre d'1 cm x 1 cm, que serà la zona a estudiar, la resta de la mostra es pinta utilitzant un vernís per tal que tota aquesta superfície pintada no interaccioni amb la solució on es duren a terme els assajos potenciomètrics. A la Fig.26 s'observen les imatges de la mostra amb el requadre de 1 cm² delimitat i la mostra un cop pintada.



Requadre de 1cm²



Mostra pintada

Fig.26 Imatge de la mostra durant el procés de pintat

El producte utilitzat és de la marca Agar i s'anomena Lacomit Varnish.

1.4. Preparació dels assajos electroquímics

1.4.1. Preparació experimental

Per a la realització experimental dels assajos electroquímics, primerament es col·loca la mostra a la cel·la electroquímica on es realitzen els assajos (Fig.27).

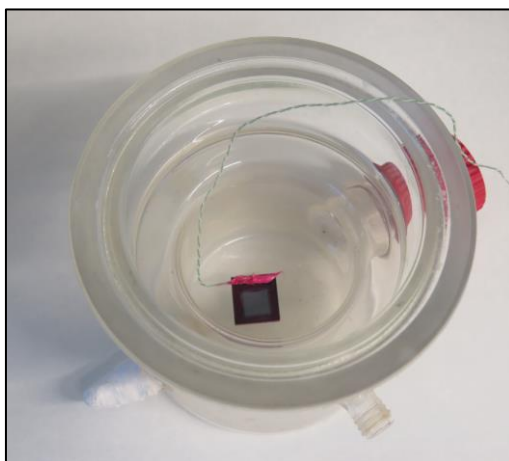


Fig.27 Imatge de la mostra dins la cel·la electroquímica

Tot seguit s'ha de connectar la mostra mitjançant el fil soldat a l'elèctrode de treball del potenciòmetre.

Un cop s'ha connectat la mostra amb el potenciòmetre, s'apropa l'elèctrode de referència i l'elèctrode auxiliar a la zona d'1 cm² on es vol realitzar la mesura experimental (Fig.28).

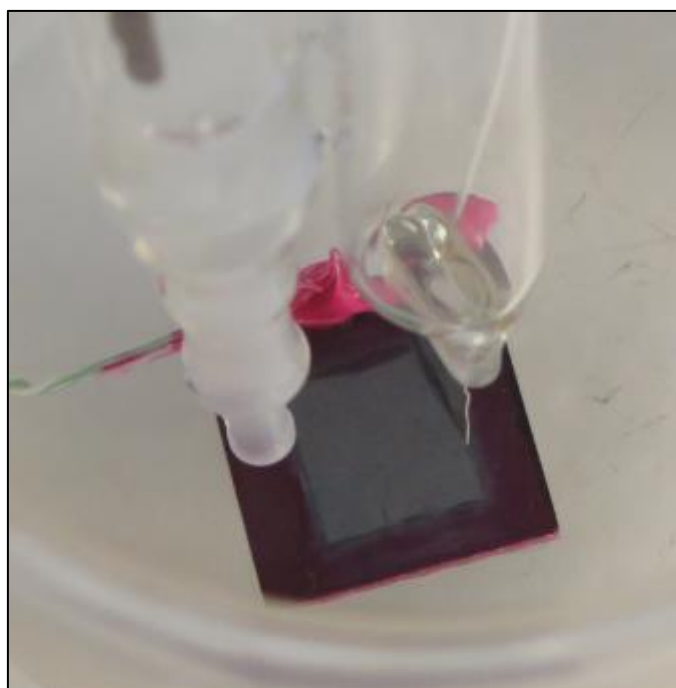


Fig.28 Imatge dels elèctrodes a la zona on es vol realitzar l'assaig

Un cop s'assegura que el muntatge ha quedat estable, es podrà afegir l'electròlit a la cel·la electroquímica assegurant que no es mogui la mostra i no es formin bombolles als elèctrodes que es podrien alterar els resultats. Tot seguit cal iniciar l'equip per a realitzar l'assaig.

1.4.2. Electròlits

Per a l'estudi s'han utilitzat 3 electròlits diferents per tal de veure l'efecte que tenen a les mostres a estudiar. Tots els electròlits han sigut ajustats a pH 10,81 utilitzant NaOH. A la següent taula es pot veure la composició dels electròlits utilitzada (Taula 5).

	Aigua destil·lada	NaCl (5% en pes)	Dodecil sulfat Sòdic (2 g/l)
<i>Electròlit 1</i>	X		
<i>Electròlit 2</i>	X	X	
<i>Electròlit 3</i>	X	X	X

Taula 5. Composició dels electròlits utilitzats per a realitzar els experiments

1.5. Assaig electroquímics

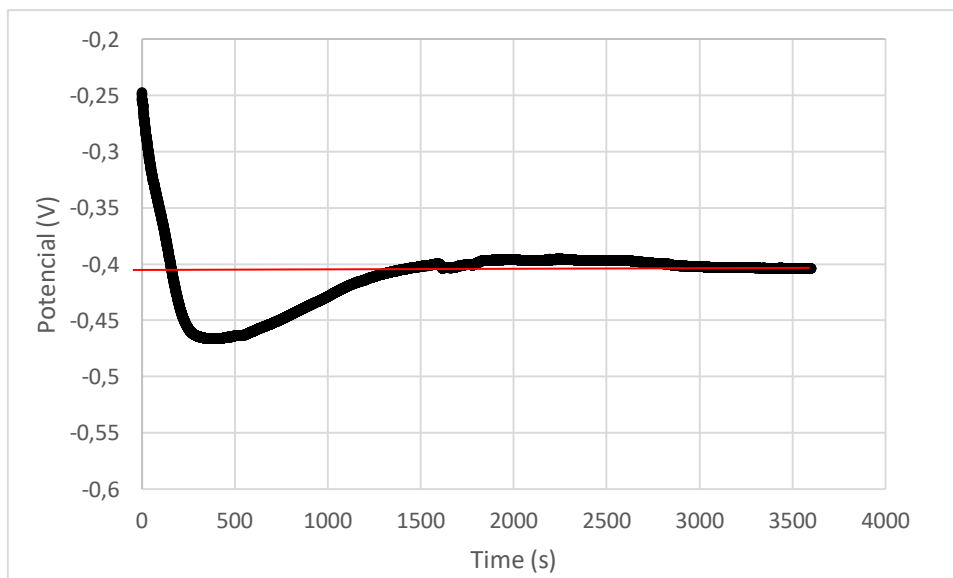
1.5.1. Potencial de circuit obert

El potencial de circuit obert (OCP degut a les seves sigles en anglès) és el potencial que arriba un material amb el temps per l'acció de l'electròlit en el qual es troba quan no circula cap corrent extern per la cel·la electroquímica. L'electròlit amb el qual està en contacte el material interacciona amb els elements del material i el transforma. Aquesta transformació pot ser de dos tipus:

- Protectora. Pot formar una capa de passivació sobre el material el que causaria que el valor de potencial que obtindríem serà més alt amb el temps.
- Degradadora. Formant una cap d'òxid porosa sobre el material, obtenint una reducció del valor de potencial amb el temps.

Per a la realització d'aquest experiment, es connecta la mostra amb el potenciòmetre i s'enregistren els canvis en el potencial entre l'elèctrode de referència i l'elèctrode de treball sense l'aplicació de cap corrent extern en el medi.

Tal i com s'observa en l'exemple del següent gràfic (Gràfic 1), hi ha una variació del potencial al llarg del temps a causa de la interacció de la mostra amb l'electròlit fins que arriba un moment que aquest valor roman constant, en aquest punt es traça una recta cap l'eix de les Y i es troba el potencial de circuit obert de la mostra.



Gràfic 1. Exemple de la representació dels valors obtinguts en l'assaig OCP

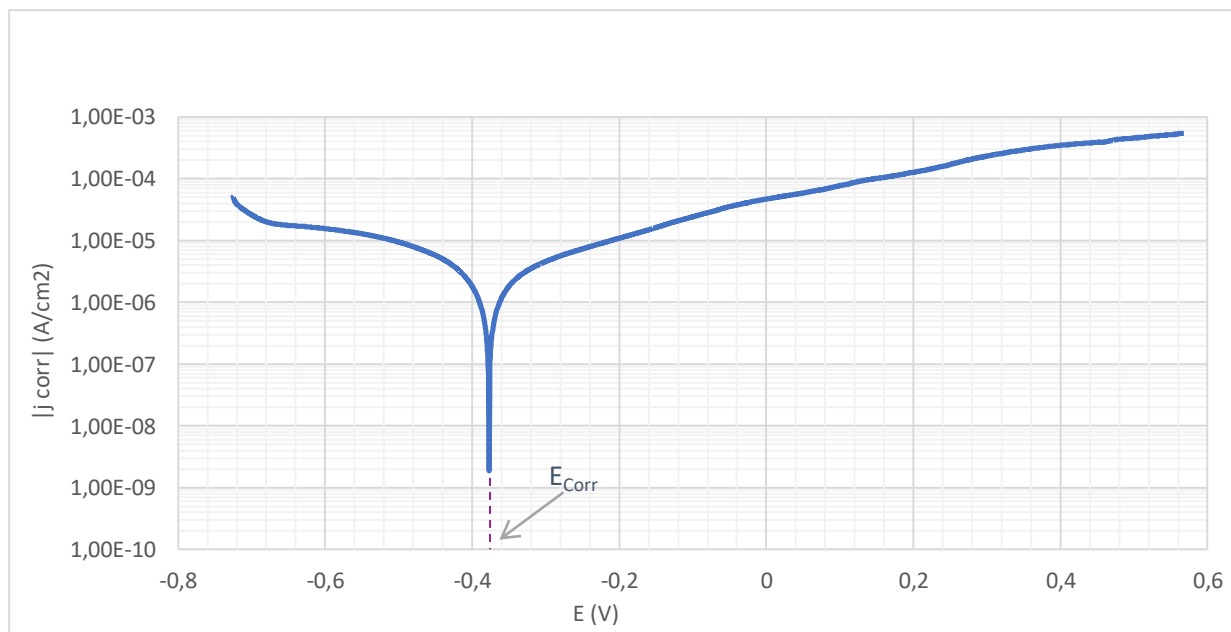
En aquest treball la durada de l'assaig ha estat de 3600 segons.

1.5.2. Polarització lineal

La resistència de polarització lineal és una tècnica electroquímica en la qual s'aplica un petit augment a la diferència de tensió entre els elèctrodes de treball i de referència, el que provoca una variació del flux de corrent. Aquesta variació és registrada per l'equip amb el temps. El flux de corrent que es registra és el que circula entre l'elèctrode de treball i l'elèctrode auxiliar.

Per a la realització experimental de l'assaig es connecta la mostra a l'equip, a continuació es selecciona el rang de tensions a analitzar. Per a la selecció d'aquest valor es fa servir el valor de potencial en circuit obert obtingut amb l'assaig anterior, el rang de tensió que mesurarà l'equip serà el valor OCP obtingut menys 0.3V fins al valor OCP obtingut més 1V. Seguidament s'estableix la velocitat en què hi haurà la variació d'aquesta diferència de tensions, en aquest cas la velocitat és de 0.0005 V/s.

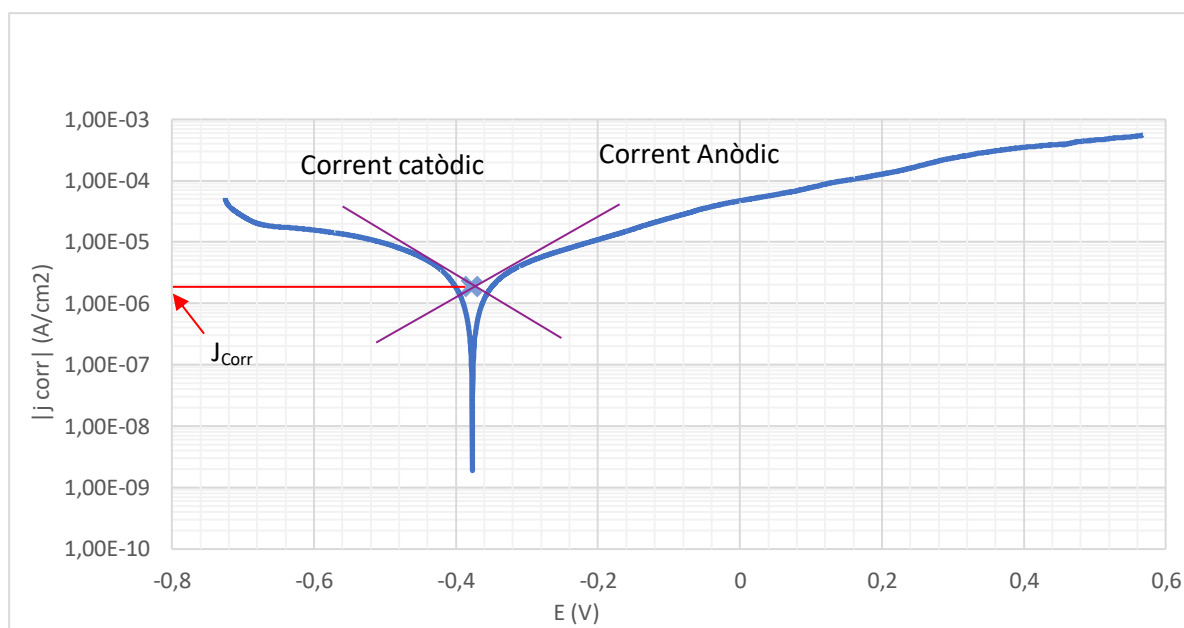
Un cop es registren les variacions del flux del corrent al llarg de la variació de la diferència de tensions a la mostra, es representa el logaritme d'aquest valor dividit per l'àrea de la zona estudiada (J_{corr}) enfront del valor de potencial. Tal i com es pot observar en l'exemple de representació de la polarització lineal en el Gràfic 2, hi ha una petita variació del flux de corrent al llarg dels diferents potencials excepte en un punt on hi ha un canvi molt brusc, en aquest punt si tracem una línia vertical cap a l'eix de les X (Línia discontinua en el gràfic) es troba un valor molt proper al valor de potencial de circuit obert (E_{corr}).



Gràfic 2. Exemple de la representació dels valors obtinguts en l'assaig de polarització lineal

La corrosió normalment es produeix a una velocitat determinada per un equilibri entre reaccions electroquímiques oposades. Una reacció és la reacció anòdica, en la qual s'oxida el metall, alliberant electrons al metall. L'altra és la reacció catòdica, en la qual es redueix l'espècie de solució, eliminant els electrons del metall. Quan aquestes dues reaccions estan en equilibri, el flux d'electrons de cada reacció és equilibrat, i no es produeix cap flux de corrent elèctric, aquest punt és on hi ha una baixada més pronunciada del valor d'intensitat [24].

La línia corba que mesura l'equip correspon a la suma dels corrents anòdics i corrent catòdics. El punt on es troba el potencial de corrosió (E_{corr}) de la corba és quan es produeix la inversió de la polaritat quan la reacció canvia de catòdic a anòdic o a la inversa. Aquest gràfic permet obtenir també el valor de J_{corr} , per tal d'obtenir aquest valor s'aplica el mètode Tafel. Aquest mètode consisteix a traçar una línia recta seguint un tram de les dues corbes, just abans del punt agut del gràfic. Aquestes línies rectes seran extrapolades fins a coincidir entre elles. En el punt on tallen les dues rectes es traça una recta cap a l'eix de les Y, i el valor obtingut serà la J_{corr} del material en el medi que s'està estudiant tal com es pot apreciar en el Gràfic 3 (mètode segons la norma ASTM G59).



Gràfic 3. Exemple de la obtenció del valor de J_{Corr} mitjançant el mètode Tafel

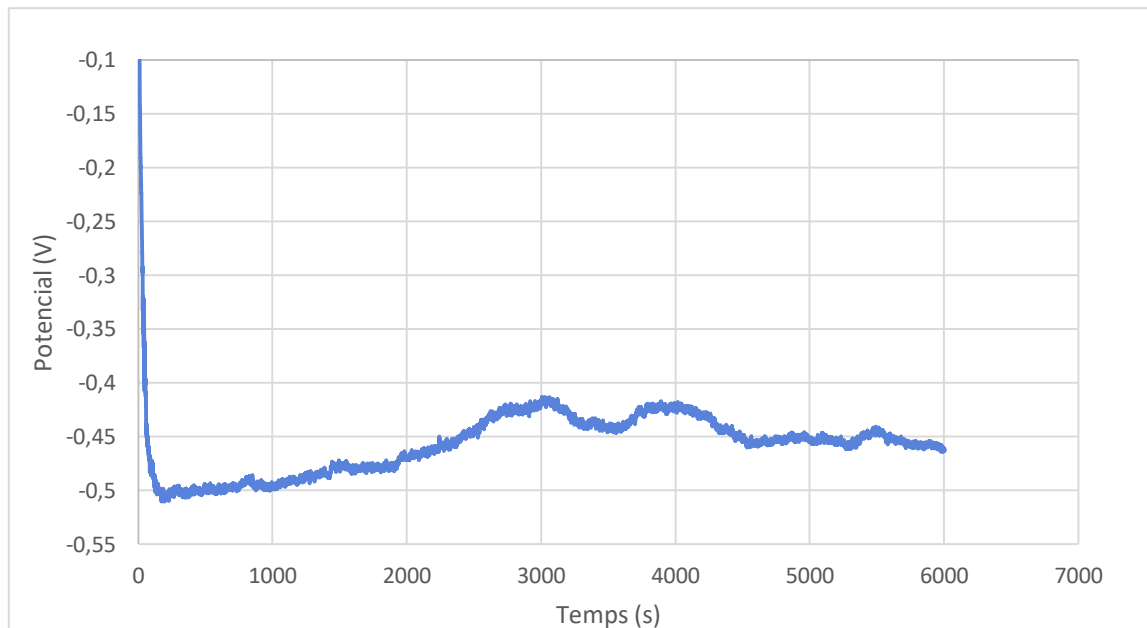
Aquest Valor és molt important, ja que permet mesurar la “velocitat de corrosió” que és la pèrdua de pes que tindria una material en estar en contacte en un medi corrosiu al llarg del temps. L’assaig de polarització lineal permet fer una estimació d’aquest valor realitzant un assaig d’una durada aproximada de dues hores. Si no obtinguéssim el valor mitjançant aquest procés, caldria exposar les mostres al medi corrosiu durant llargues temporades per tal de trobar aquest valor.

1.5.3. Assaig Galvanoestàtic

L’assaig galvanoestàtic és un assaig electroquímic que consisteix a aplicar una intensitat de corrent constant al llarg d’un temps fixat el que provoca una variació del potencial registrat al llarg del temps.

Per a la realització experimental de l’assaig es connecta la mostra a l’equip, a continuació s’ha de fixar la intensitat al llarg de l’assaig.

Tal i com s’observa a l’exemple següent (Gràfic 4), hi ha una variació del potencial al llarg del temps degut a que es manté fixada una intensitat constant al llarg de l’assaig fins que arriba un punt que aquest valor roman constant.



Gràfic 4. Exemple de la representació dels valors obtinguts en l'assaig galvanoestàtic

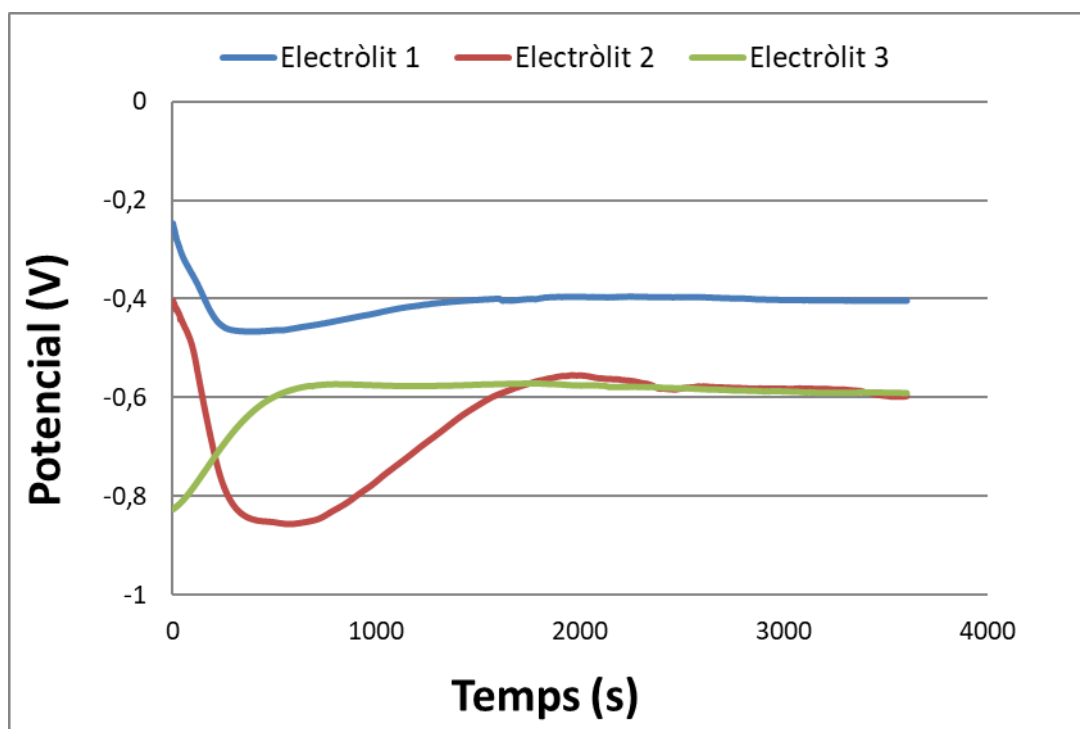
Inicialment es fixa la intensitat de corrosió (I_{corr}) obtinguda en l'assaig de polarització lineal, que és el valor a partir del qual el material comença el procés d'oxidació. En el temps establert d'assaig no s'observen diferències significatives en el gruix de recobriment de cada mostra, per tal d'accelerar el procés de dissolució del recobriment AlSi i poder diferenciar entre els electrolits estudiats es considera augmentar el valor d'intensitat de corrent a un paràmetre fix de -0.08A.

Capítol 2. Resultats

2.1. Assaig de potencial de circuit obert

2.1.1. Mostres estampades

Al Gràfic 5 es mostren els resultats obtinguts de l'assaig de potencial de circuit obert. Com es pot observar els electròlits 2 i 3 s'estabilitzen a potencials més negatius que l'electròlit 1.



Gràfic 5. Resultats de l'assaig de potencial de circuit obert

A la Taula 6 es mostren els resultats dels valors de potencial de circuit obert obtinguts on es pot observar que els electròlits 2 i 3 tenen un valor molt semblant i més negatiu que l'electròlit 1.

	Potencial de circuit obert (V)
Electròlit 1	-0,40
Electròlit 2	-0,60
Electròlit 3	-0,59

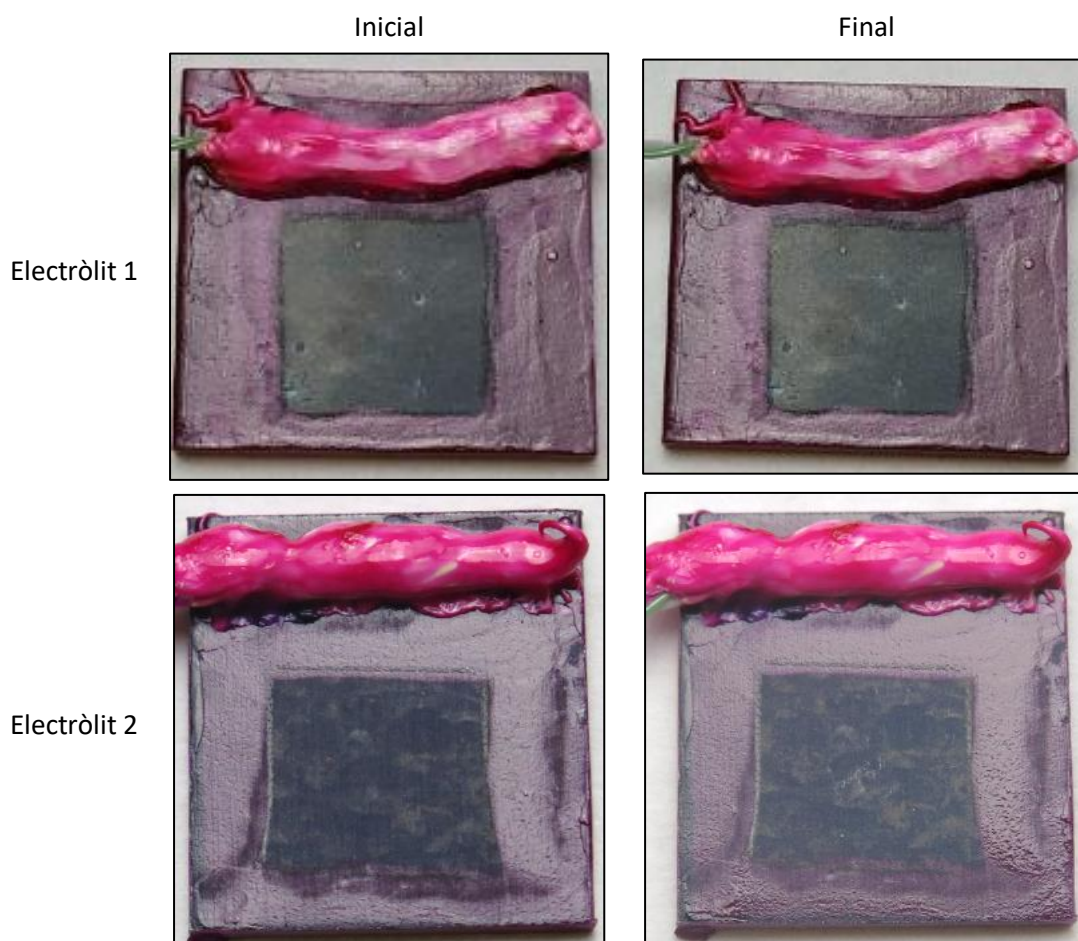
Taula 6. Valors de potencial de circuit obert obtinguts

A la Taula 7 es mostren els valors mesurats del pH i de la conductivitat a l'inici i al final de l'assaig de potencial de circuit obert. Com es pot observar el pH al final de l'assaig ha disminuït lleugerament, mentre que la conductivitat pràcticament no ha tingut variacions.

	pH		Conductivitat	
	inicial	final	inicial	final
Electròlit 1	10,81	10,18	68,9 $\mu\text{S}/\text{Cm}$	69,4 $\mu\text{S}/\text{Cm}$
Electròlit 2	10,81	10,22	78,8 mS/Cm	79,0 mS/Cm
Electròlit 3	10,81	10,40	75,7 mS/Cm	76,2 mS/Cm

Taula 7. Resultats de la mesura pH i conductivitat

A la Fig.29 es mostra la imatge de la mostra assajada abans (imatge esquerra) i després de l'assaig (imatge dreta). Tal i com es pot observar no s'aprecien diferències en l'aspecte de la mostra un cop realitzat l'assaig electroquímic.



Electròlit 3

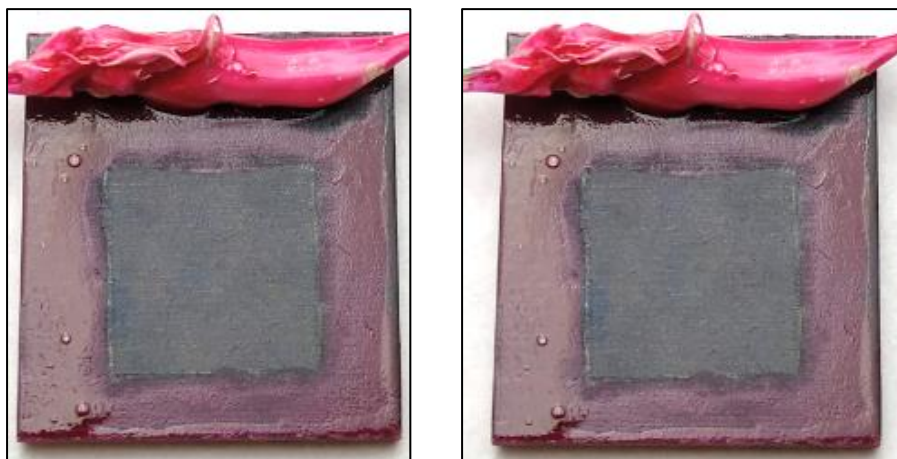
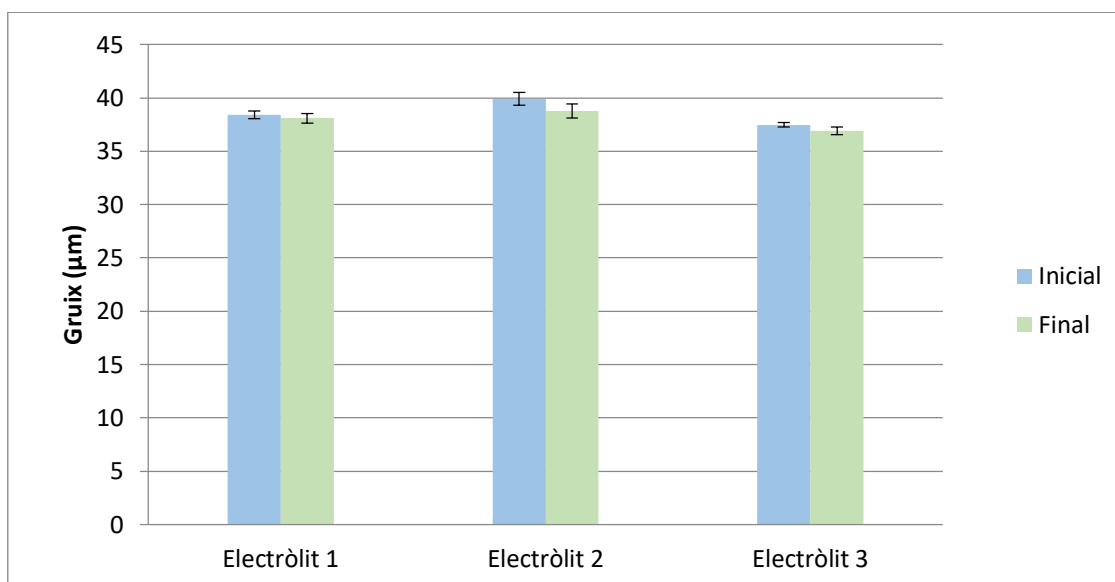


Fig.29 Imatges de les mostres abans i després de l'assaig

A la taula 8 es mostren els resultats obtinguts en la mesura del gruix del recobriment abans i després de l'assaig. Al Gràfic 6 es representen els resultats. Els resultats mostren que no hi ha diferències entre el gruix del recobriment inicial i el gruix del recobriment en finalitzar l'assaig electroquímic.

	Inicial	Final	% pèrdua de gruix
Electròlit 1	$38,4 \pm 0,4$	$38,1 \pm 0,4$	0,8
Electròlit 2	$39,9 \pm 0,6$	$38,8 \pm 0,7$	2,9
Electròlit 3	$37,5 \pm 0,2$	$36,9 \pm 0,4$	1,5

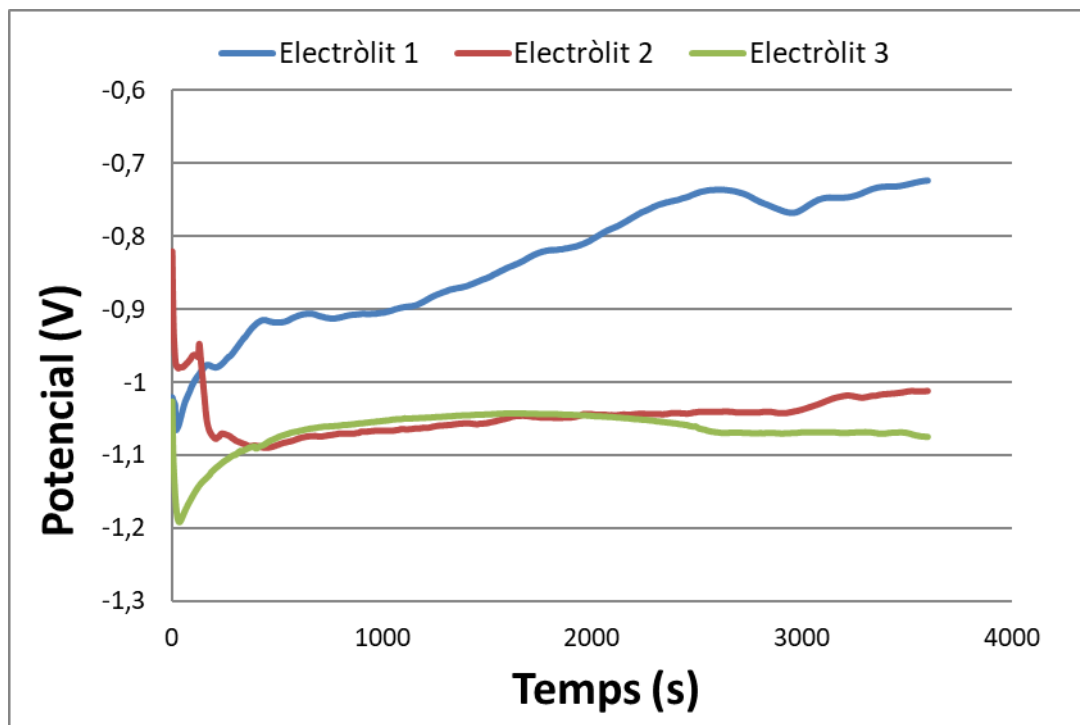
Taula 8. Resultats de la mesura del gruix del recobriment



Gràfic 6. Gruix del recobriment abans i després de l'assaig

2.1.2. Mostres no estampades

Al Gràfic 7 es mostren els resultats obtinguts de l'assaig de potencial de circuit obert. Es pot observar que els electròlits 2 i 3 s'estabilitzen a un valor de potencial més negatiu que l'electròlit 1. També es pot observar que els electròlits 2 i 3 s'estabilitzen més ràpidament que l'electròlit 1.



Gràfic 7. Resultats de l'assaig de potencial de circuit obert.

A la Taula 9 es mostren els resultats dels valors de potencial de circuit obert obtinguts on es pot observar que els electròlits 2 i 3 tenen un valor molt semblant i més negatiu que l'electròlit 1.

	Potencial de circuit obert (V)
Electròlit 1	-0,72
Electròlit 2	-1,01
Electròlit 3	-1,07

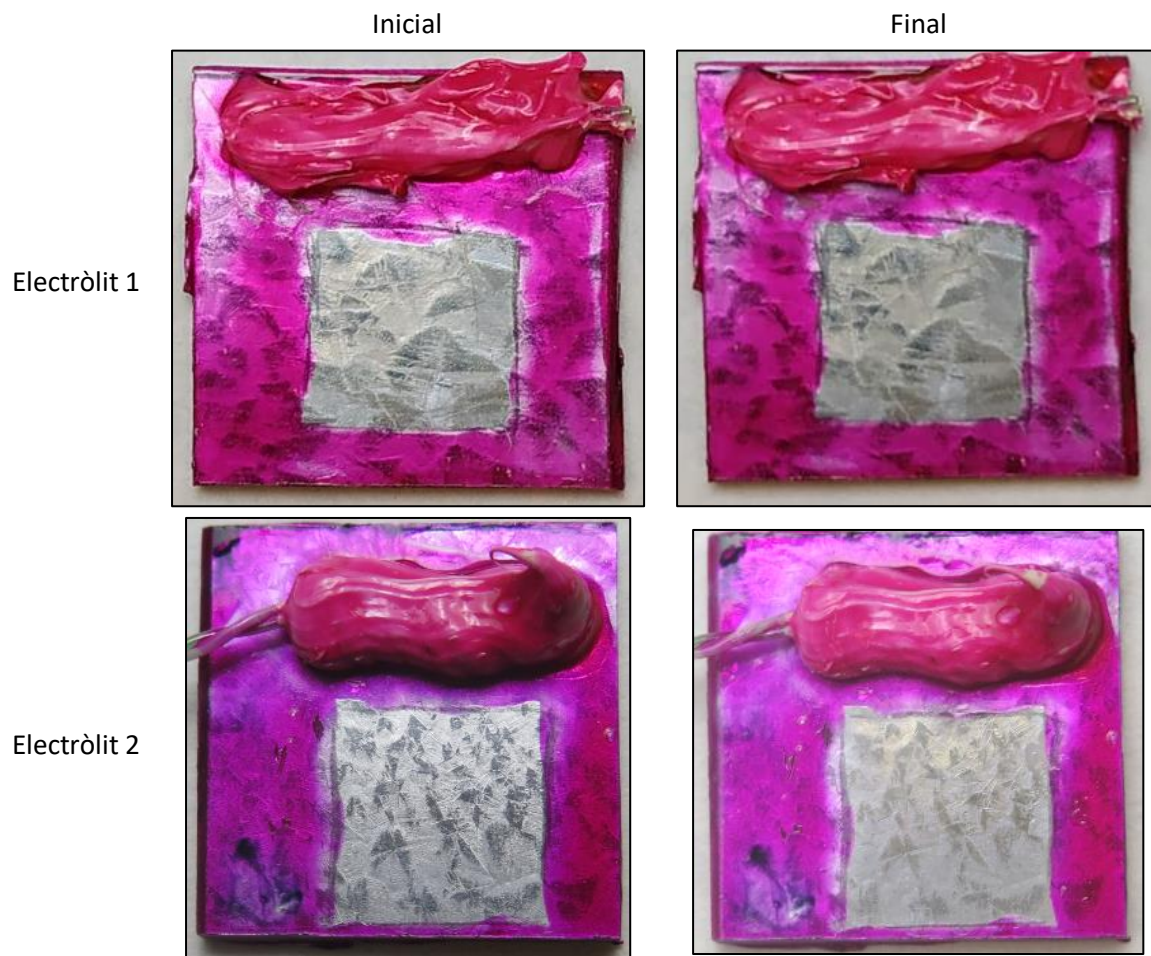
Taula 9. Valors de potencial de circuit obert obtinguts

A la Taula 10 es mostren els valors mesurats del pH i de la conductivitat a l'inici i al final de l'assaig de potencial de circuit obert. Com es pot observar el pH al final de l'assaig ha disminuït lleugerament, mentre que la conductivitat pràcticament no ha tingut variacions.

	pH		Conductivitat	
	inicial	final	inicial	final
Electròlit 1	10,81	10,32	103,9 $\mu\text{S}/\text{Cm}$	102,6 $\mu\text{S}/\text{Cm}$
Electròlit 2	10,81	10,24	78,8 mS/Cm	78,9 mS/Cm
Electròlit 3	10,81	10,21	75,7 mS/Cm	75,6 mS/Cm

Taula 10. Resultats de la mesura pH i conductivitat

A la Fig.30 es mostra la imatge de la mostra assajada abans (imatge esquerra) i després de l'assaig (imatge dreta). Tal i com es pot observar no s'aprecien diferències en l'aspecte de la mostra un cop realitzat l'assaig electroquímic.



Electròlit 3

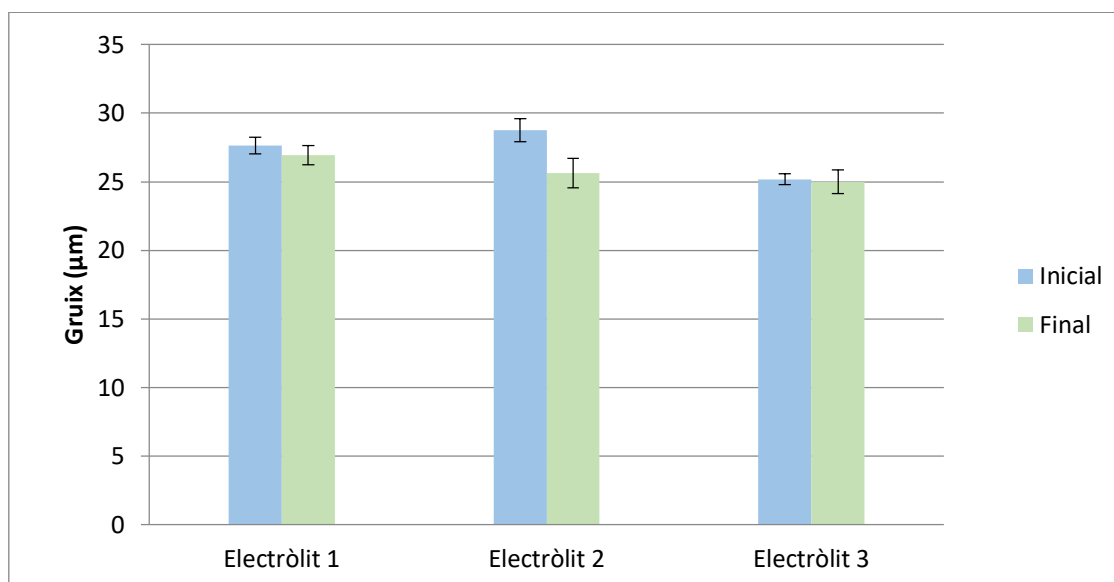


Fig.30 Imatges de les mostres abans i després de l'assaig

A la taula 11 es mostren els resultats obtinguts en la mesura del gruix del recobriment abans i després de l'assaig. Al Gràfic 8 es representen els resultats. Els resultats mostren que no hi ha diferències entre el gruix del recobriment inicial i el gruix del recobriment en finalitzar l'assaig electroquímic.

	Inicial	Final	% pèrdua de gruix
Electròlit 1	$27,6 \pm 0,6$	$26,9 \pm 0,7$	2,5
Electròlit 2	$28,8 \pm 0,8$	$25,6 \pm 1,1$	10,8
Electròlit 3	$25,2 \pm 0,4$	$25,0 \pm 0,4$	0,7

Taula 11 Resultats de la mesura del gruix del recobriment

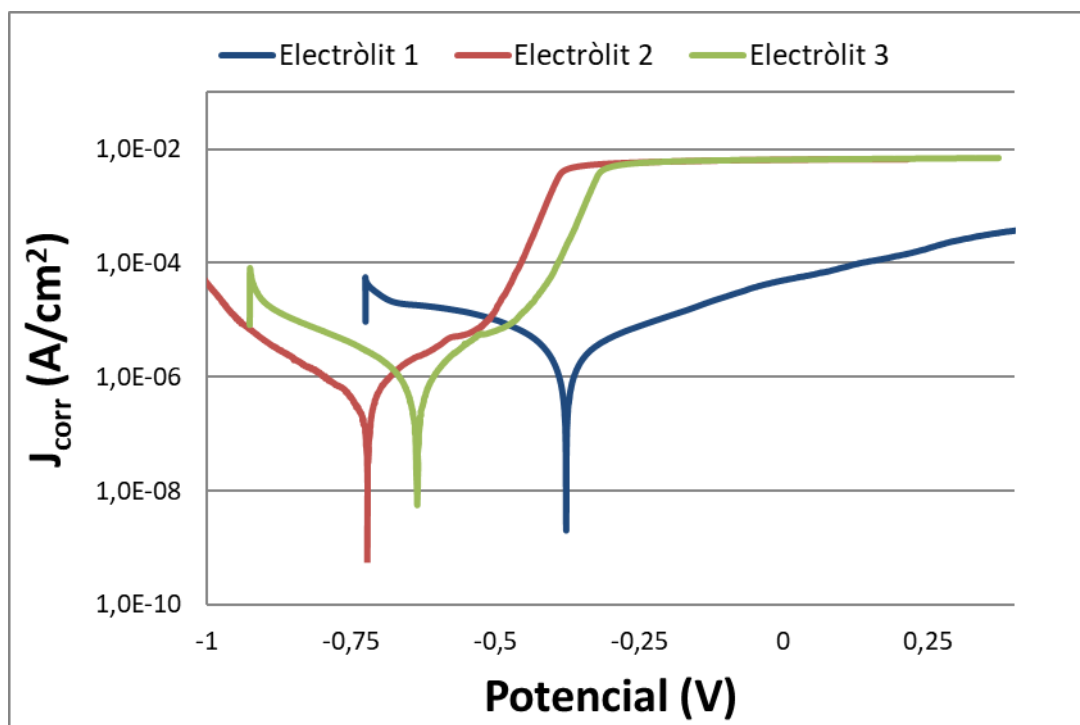


Gràfic 8. Gruix del recobriment abans i després de l'assaig

2.2. Assaig de resistència a la polarització lineal

2.2.1. Mostres estampades

Al Gràfic 9 es mostren els resultats obtinguts de l'assaig de resistència a la polarització lineal. Es pot observar que les corbes dels electrolïts 2 i 3 són molt semblant i tenen un potencial de corrosió més negatiu que l'electrolït 1. Les intensitats de corrosió dels 3 electrolïts són molt semblants.



Gràfic 9. Resultats de l'assaig de resistència a la polarització lineal

A la Taula 12 es mostren els resultats numèrics dels assajos de resistència a la polarització lineal obtinguts. Tal i com s'ha observat també en el gràfic 9, en la taula 12 s'observa que els valors d'intensitat de corrosió (I_{corr}) i de densitat de corrosió (J_{corr}) presenten valors molt semblants. En el cas dels potencials de corrosió (E_{corr}) les mostres assajades amb els electrolïts 2 i 3 presenten valors més negatius que les mostres assajades amb l'electrolït 1.

		E_{corr} (V)	J_{corr} (A/cm ²)	I_{corr} (A)	Rati de corrosió (mm/any)
Electrolït 1	Mostra 1	-0,38	1,90E-06	2,03E-06	0,021
	Mostra 2	-0,42	1,74E-06	1,86E-06	0,025
Electrolït 2	Mostra 1	-0,72	5,52E-07	6,34E-07	0,006
	Mostra 2	-0,58	2,12E-06	2,48E-06	0,024
Electrolït 3	Mostra 1	-0,64	8,76E-07	9,91E-07	0,010
	Mostra 2	-0,57	2,34E-06	2,72E-06	0,027

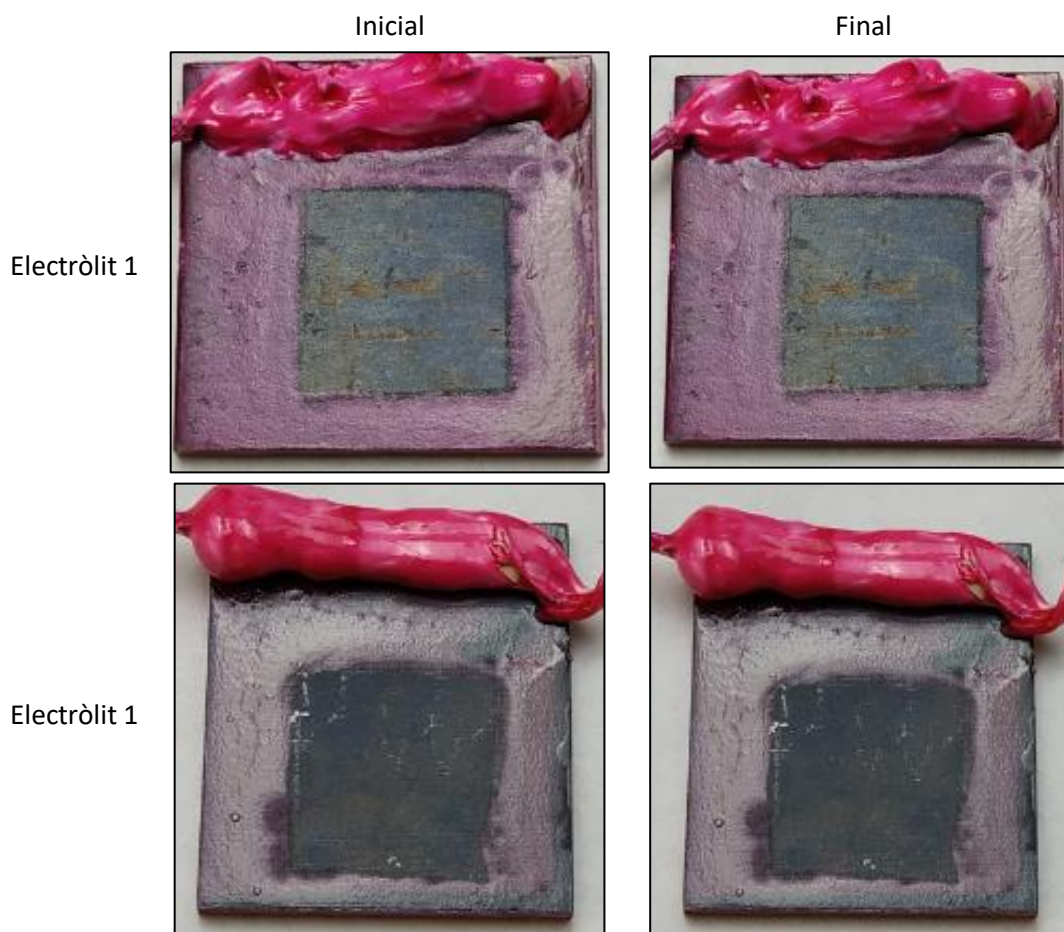
Taula 12. Resultats numèrics dels assajos de resistència a la polarització lineal

A la Taula 13 es mostren els valors mesurats del pH i de la conductivitat a l'inici i al final de l'assaig de resistència a la polarització lineal. Es pot veure que el pH al final de l'assaig disminueix notablement, mentre que la conductivitat al final de l'assaig té un valor molt semblant a l'inicial.

		pH		Conductivitat	
		inicial	final	inicial	final
Electròlit 1	Mostra 1	10,81	9,40	89,0 $\mu\text{S}/\text{Cm}$	87,6 $\mu\text{S}/\text{Cm}$
	Mostra 2	10,81	9,37	89,0 $\mu\text{S}/\text{Cm}$	92,1 $\mu\text{S}/\text{Cm}$
Electròlit 2	Mostra 1	10,81	9,29	77,3 mS/Cm	75,9 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,53	77,3 mS/Cm	76,3 mS/Cm
Electròlit 3	Mostra 1	10,81	9,37	75,7 mS/Cm	75,0 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,52	75,7 mS/Cm	75,7 mS/Cm

Taula 13. Resultats de la mesura pH i conductivitat

A la Fig.31 es mostra la imatge de la mostra assajada abans (imatge esquerra) i després de l'assaig (imatge dreta). En aquestes imatges s'observa que les mostres assajades amb l'electròlit 1 no presenten diferències en l'aparença final de les mostres, mentre que les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 s'observa que el recobriment ha sigut atacat. Aquest recobriment s'ha vist atacat més clarament en les zones exteriors del requadre.



Electròlit 2



Electròlit 2



Electròlit 3



Electròlit 3

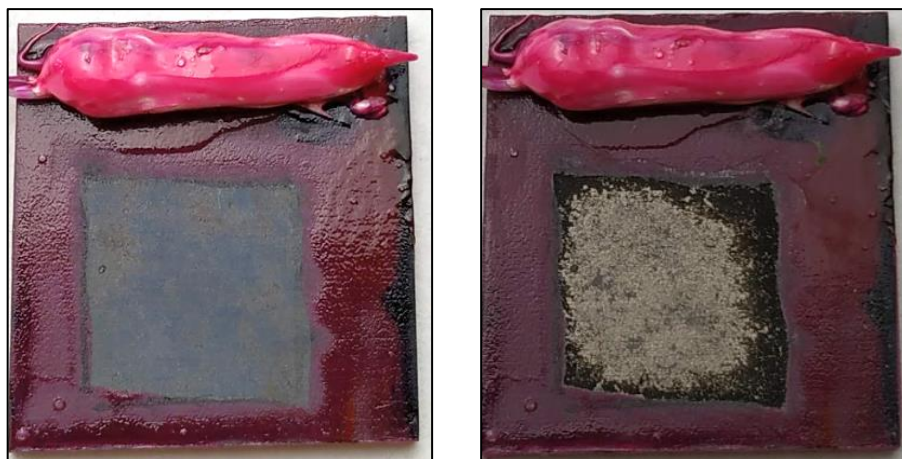
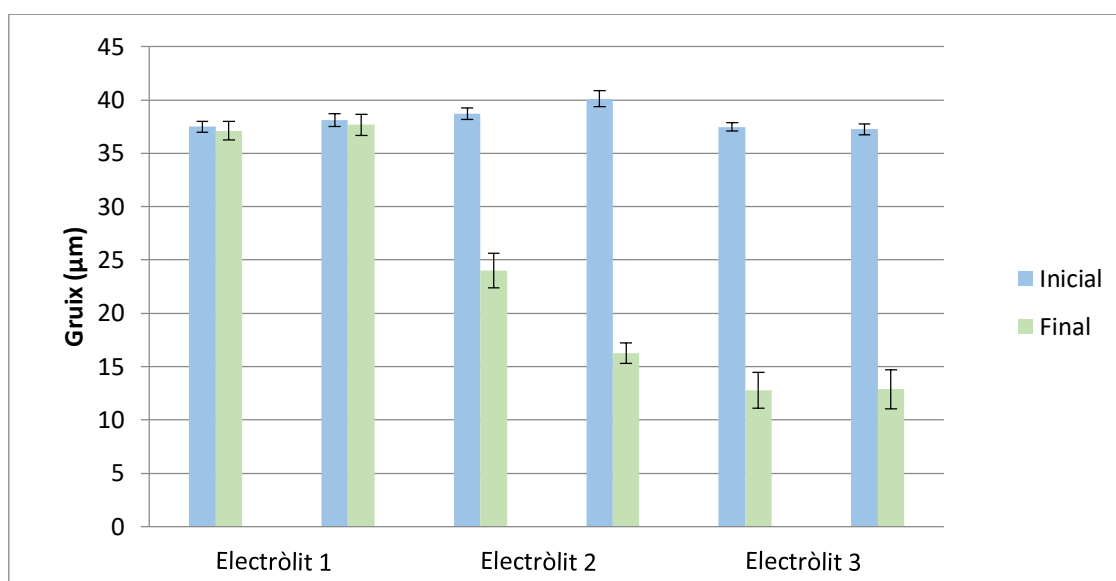


Fig.31 Imatges de les mostres abans i després de l'assaig

A la taula 14 es mostren els resultats obtinguts en la mesura del gruix del recobriment abans i després de l'assaig de resistència a la polarització lineal. Al Gràfic 10 es representen els resultats. Les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 presenten una pèrdua de gruix molt més gran que les mostres assajades amb l'electròlit 1, sent les mostres assajades amb l'electròlit 3 les que presenten un valor més elevat.

		Inicial	Final	% pèrdua de gruix
Electròlit 1	Mostra 1	$37,5 \pm 0,5$	$37,1 \pm 0,9$	1,0
	Mostra 2	$38,1 \pm 0,6$	$37,7 \pm 1,0$	1,2
Electròlit 2	Mostra 1	$38,7 \pm 0,5$	$24,0 \pm 1,6$	38,0
	Mostra 2	$40,1 \pm 0,7$	$16,3 \pm 1,0$	59,5
Electròlit 3	Mostra 1	$37,5 \pm 0,4$	$12,8 \pm 1,7$	65,9
	Mostra 2	$37,3 \pm 0,5$	$12,9 \pm 1,8$	65,4

Taula 14. Resultats de la mesura del gruix del recobriment



Gràfic 10. Gruix del recobriment abans i després de l'assaig

A la Fig.32 es mostren les imatges de les mostres després de l'assaig obtingudes amb el microscopi 3D. S'ha seleccionat una superfície de 15x2 mm a la zona central de la mostra. Es pot observar que la mostra assajada amb l'electròlit 1 presenta una superfície uniforme, no s'observen zones on clarament hi hagi hagut una disminució del gruix del recobriment corroborant els resultats obtinguts en el gràfic 10. En el cas de les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 es veu que la superfície no és uniforme mostrant zones on el recobriment és més prim i zones on hi ha illes de recobriment molt semblant a l'inicial. Tal com s'ha observat en les imatges fotogràfiques (Fig.31) les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 han estat més atacades per les zones exteriors del requadre.

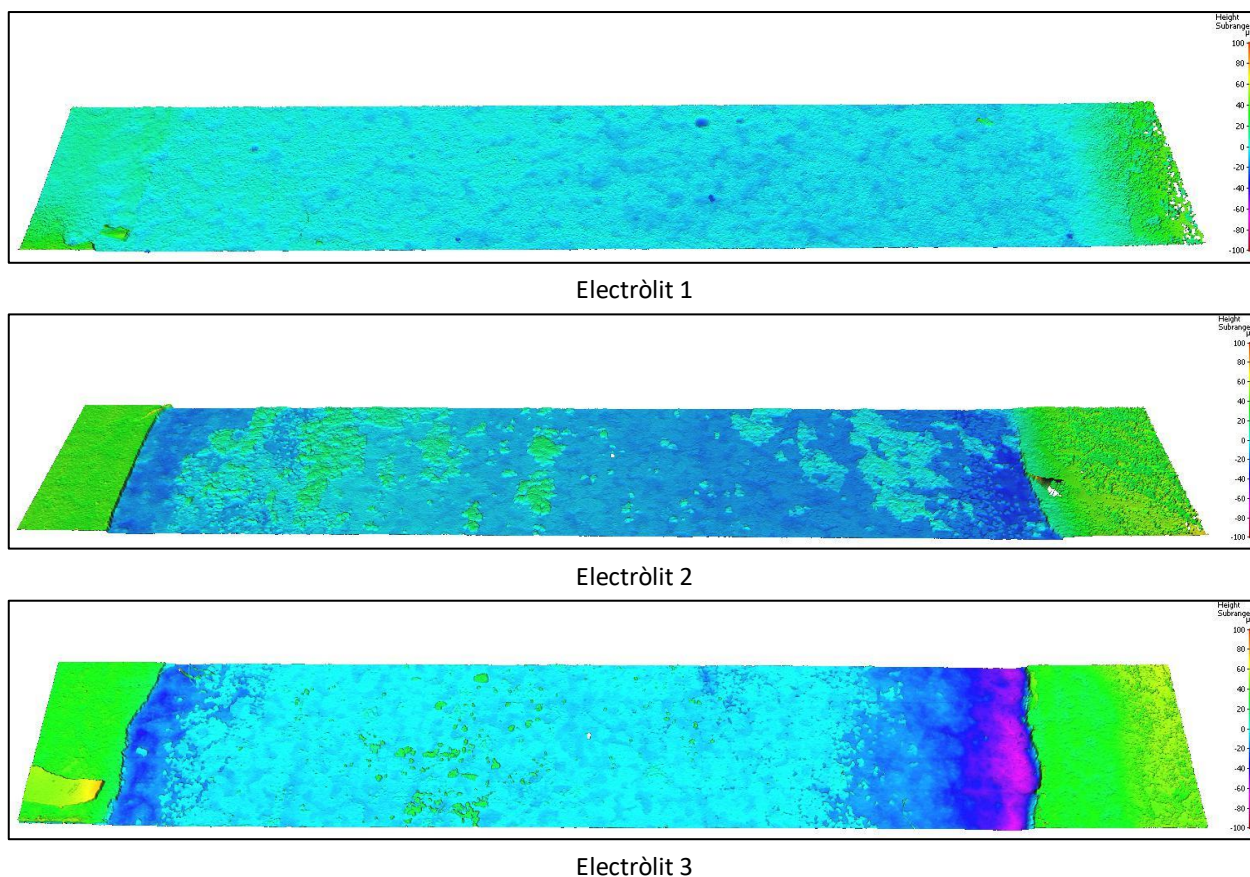
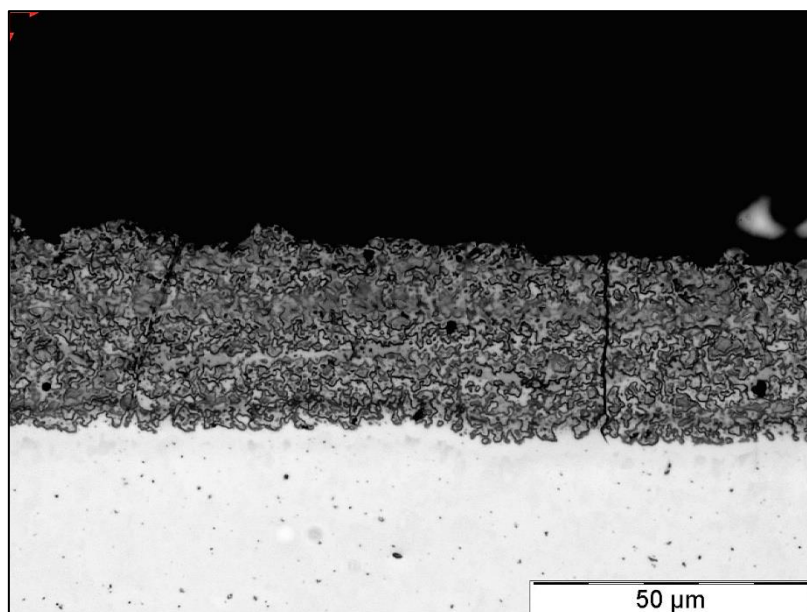
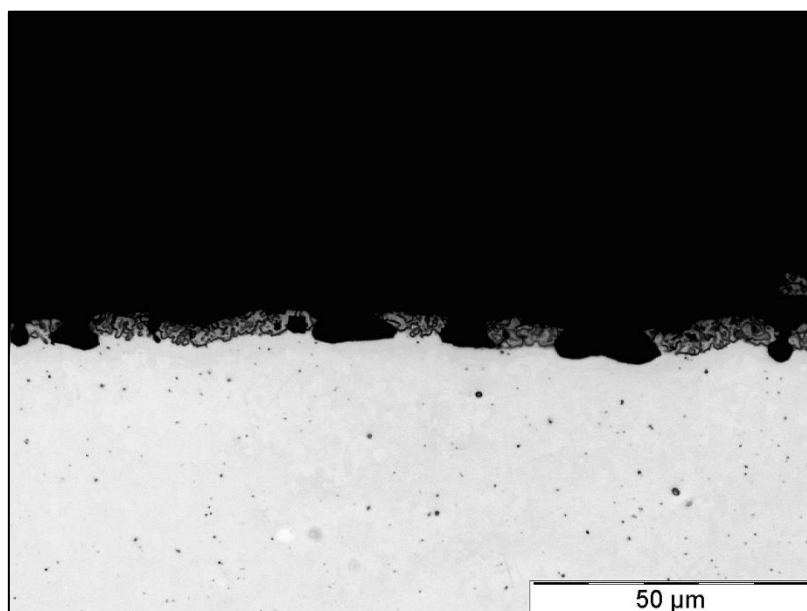


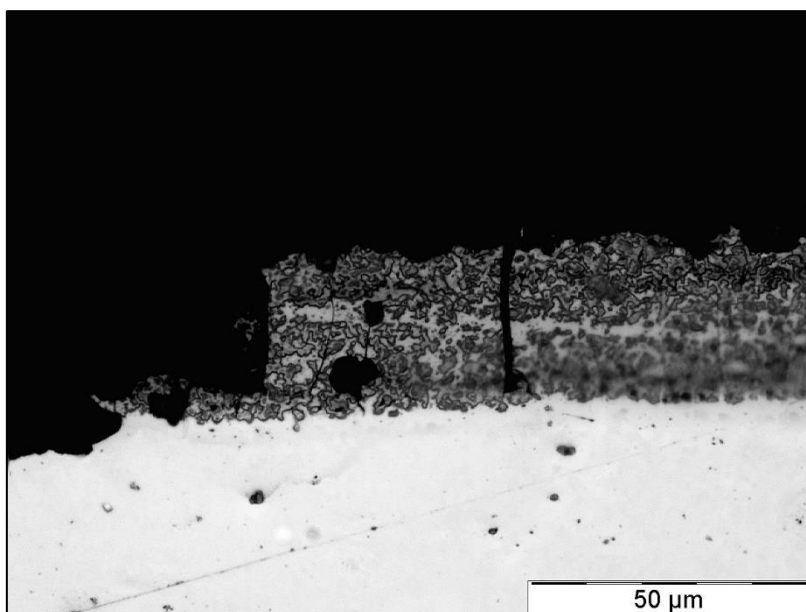
Fig.32 Imatges obtingudes amb el microscopi 3D

A la Fig.33 es mostren les imatges del recobriment en secció després de l'assaig obtingudes mitjançant el microscopi òptic. En aquestes imatges es pot observar, tal i com s'ha vist en la Fig.32, les diferents morfologies observades. En el cas de la mostra assajada amb l'electròlit 1 s'observa una imatge on es mostra que presenta una morfologia molt semblant al llarg de tota la superfície, en el cas de les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 s'observen 2 imatges on s'aprecia que presenten zones amb un recobriment molt prim i zones on el recobriment és molt semblant a l'inicial.

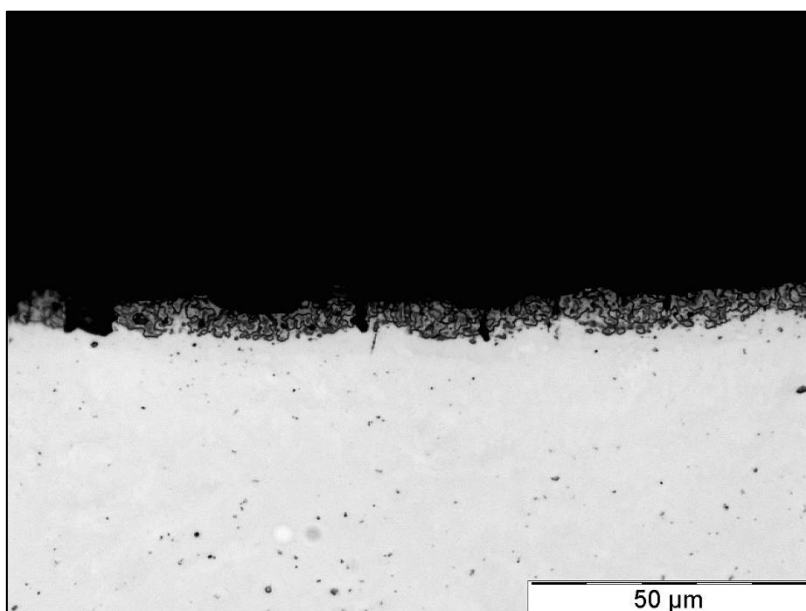


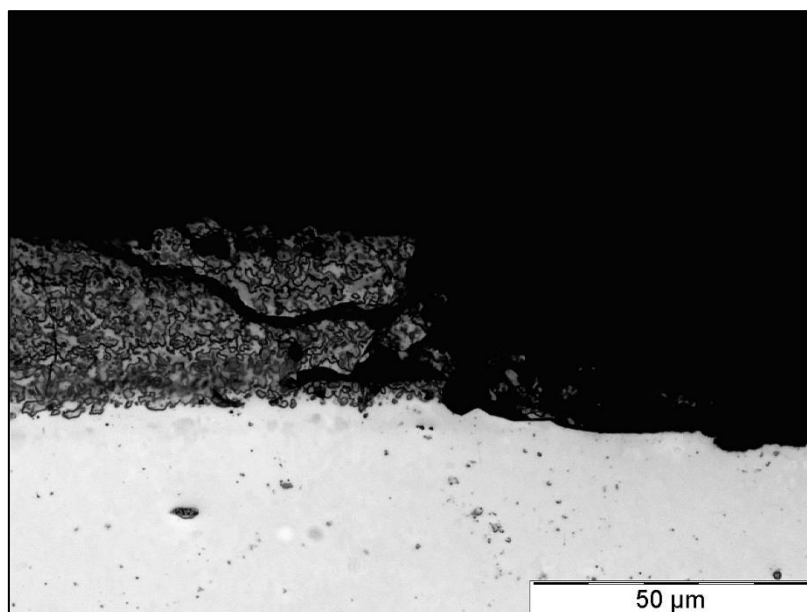
Electròlit 1





Electròlit 2



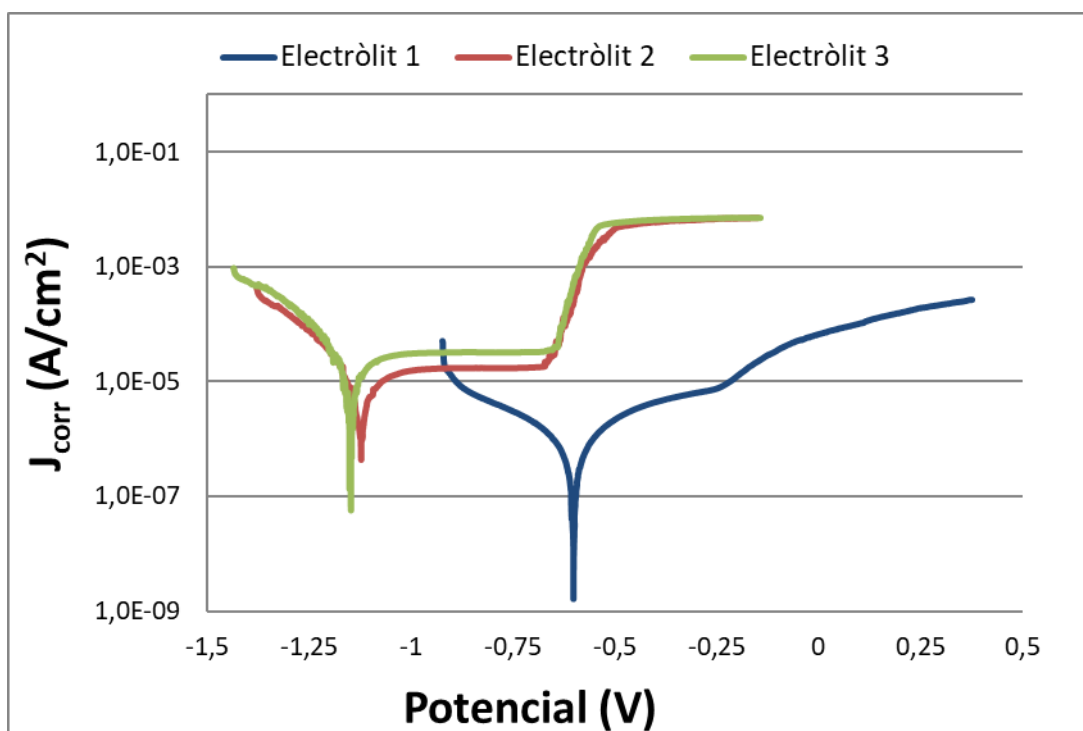


Electròlit 3

Fig.33 Imatges del recobriment de les mostres mitjançant microscopi òptic

2.2.2. Mostres no estampades

Al Gràfic 11 es mostren els resultats obtinguts de l'assaig de resistència a la polarització lineal. Es pot observar que les corbes dels electròlits 2 i 3 són molt semblants i tenen un potencial de corrosió més negatiu que l'electròlit 1. La intensitat de corrosió de l'electròlit 1 és més baixa que les obtingudes amb els electròlits 2 i 3.



Gràfic 11. Resultats de l'assaig de resistència a la polarització lineal

A la Taula 15 es mostren els resultats numèrics de l'assaig de resistència a la polarització lineals obtinguts. Tal i com s'ha observat també en el gràfic 9, en la taula 12 s'observa que els valors d'intensitat de corrosió (I_{corr}) i de densitat de corrosió (J_{corr}) presenten valor més baixos en les mostres assajades amb l'electròlit 1. En el cas dels potencials de corrosió (E_{corr}) les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 presenten valors més negatius que les mostres assajades amb l'electròlit 1.

		E_{corr} (V)	J_{corr} (A/cm ²)	I_{corr} (A)	Rati de corrosió (mm/any)
Electròlit 1	Mostra 1	-0.60	4,59E-07	5,65E-07	0,052
	Mostra 2	-0.58	4.74E-07	5.85E-07	0,068
Electròlit 2	Mostra 1	-1,12	6,7831E-06	7,21E-06	0,078
	Mostra 2	-1,13	7,9605E-06	8,61E-06	0,092
Electròlit 3	Mostra 1	-1,15	1,66E-05	1,69E-05	0,192
	Mostra 2	-1,12	9,0723E-06	9,57E-06	0,105

Taula 15. Valors numèrics de l'assaig de resistència a la polarització lineal

A la Taula 16 es mostren els valors mesurats del pH i de la conductivitat a l'inici i al final de l'assaig de resistència a la polarització lineal. Es pot veure que el pH al final de l'assaig disminueix notablement, mentre que la conductivitat al final de l'assaig té un valor molt semblant a l'inicial.

		pH		Conductivitat	
		inicial	final	inicial	final
Electròlit 1	Mostra 1	10,81	9,40	89 μ S/Cm	81,5 μ S/Cm
	Mostra 2	10,81	9.27	89 μ S/Cm	84,0 μ S/Cm
Electròlit 2	Mostra 1	10,81	9,30	77,9 mS/Cm	78,0 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,43	77,9 mS/Cm	76,9 mS/Cm
Electròlit 3	Mostra 1	10,81	9,34	75,7 mS/Cm	73,4 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,43	75,7 mS/Cm	74,1 mS/Cm

Taula 16. Resultats de la mesura pH i conductivitat

A la Fig.34 es mostra la imatge de la mostra assajada abans (imatge esquerra) i després de l'assaig (imatge dreta). En aquestes imatges s'observa que les mostres assajades amb l'electròlit 1 no presenten diferències en l'aparença final de les mostres, mentre que les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 s'observa que el recobriment ha sigut atacat. En el cas de les mostres assajades amb l'electròlit 2 i 3 el recobriment s'ha vist més atacat de forma localitzada.

Inicial

Final

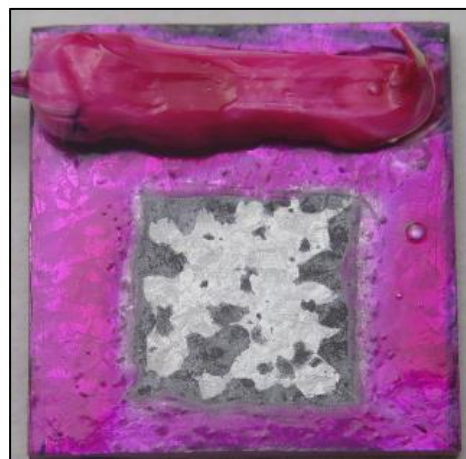
Electròlit 1



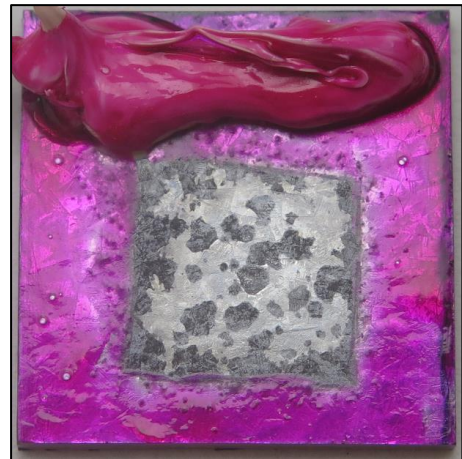
Electròlit 1



Electròlit 2



Electròlit 2



Electròlit 3



Electròlit 3

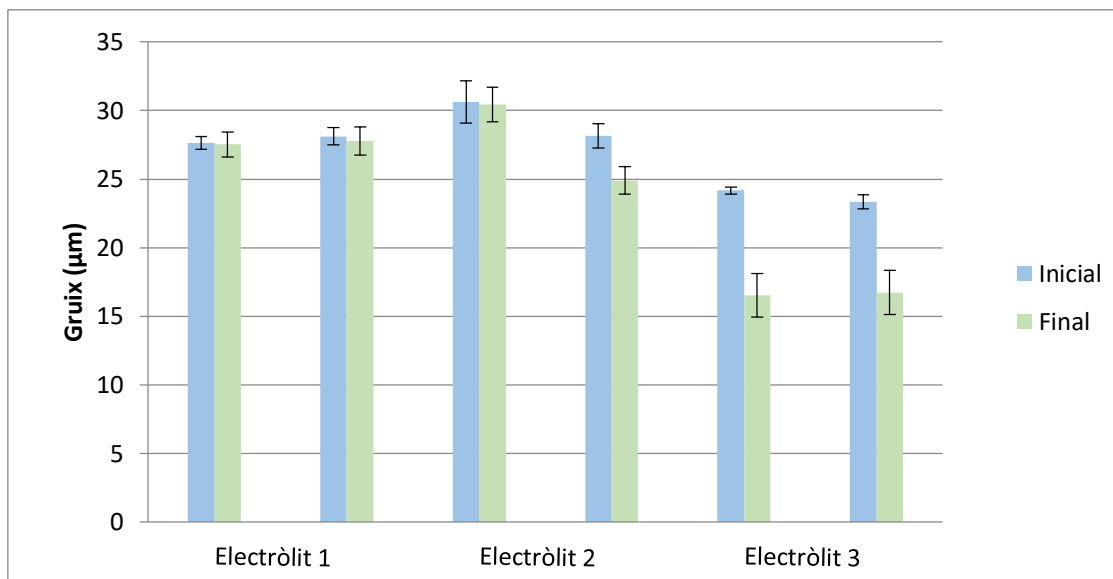


Fig.34 Imatges de les mostres abans i després de l'assaig

A la taula 17 es mostren els resultats obtinguts en la mesura del gruix del recobriment abans i després de l'assaig. Al Gràfic 12 es representen els resultats. Les mostres assajades amb l'electròlit 3 presenten una pèrdua de gruix del recobriment molt més gran que les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3.

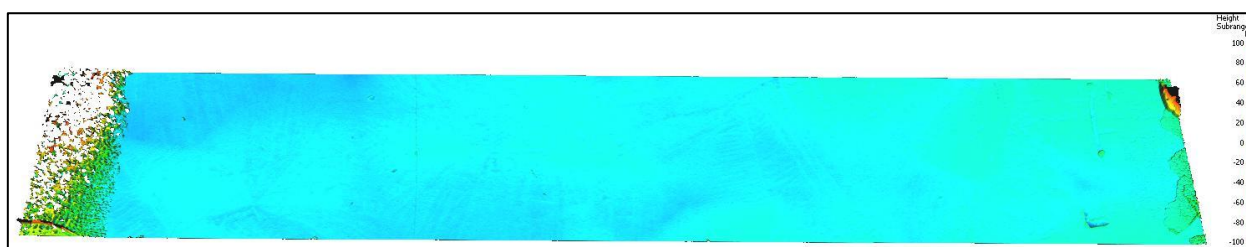
		Inicial	Final	% pèrdua de gruix
Electròlit 1	Mostra 1	27,6 ± 0,5	27,5 ± 0,9	0,4
	Mostra 2	28,1 ± 0,6	27,8 ± 1,0	1,2
Electròlit 2	Mostra 1	30,6 ± 1,5	30,4 ± 1,3	0,7
	Mostra 2	28,1 ± 0,9	24,9 ± 1,0	11,5
Electròlit 3	Mostra 1	24,2 ± 0,3	16,5 ± 1,6	31,7
	Mostra 2	23,3 ± 0,5	16,7 ± 1,6	28,4

Taula 17. Resultats de la mesura del gruix del recobriment

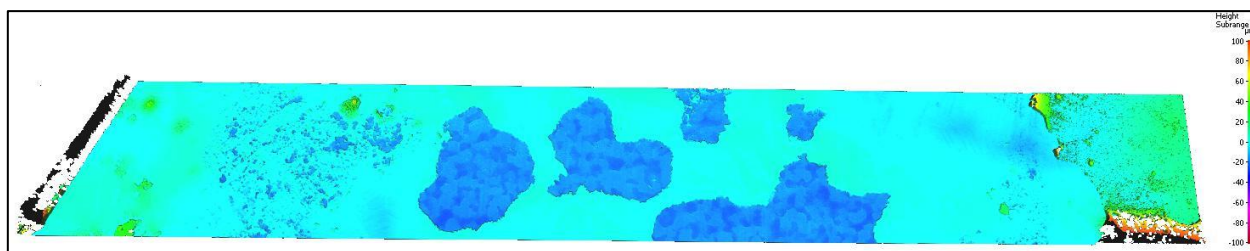


Gràfic 12. Gruix del recobriment abans i després de l'assaig

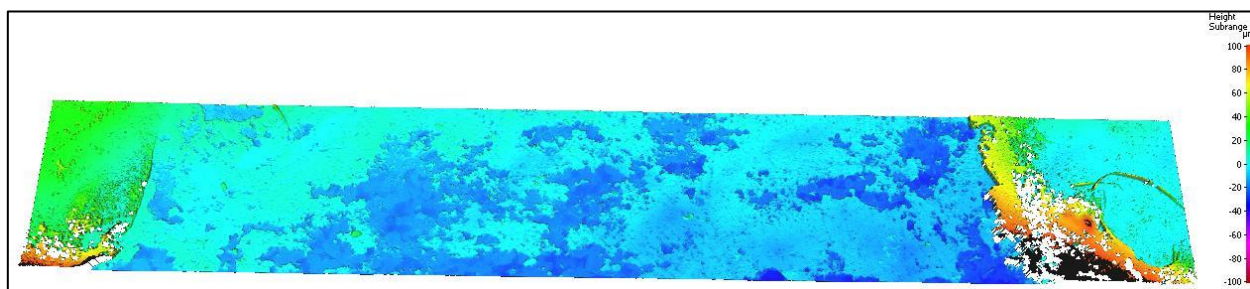
A la Fig.35 es mostren les imatges de les mostres després de l'assaig obtingudes amb el microscopi 3D. S'ha seleccionat una superfície de 15x2 mm a la zona central de la mostra. Es pot observar que la mostra assajada amb l'electròlit 1 presenta una superfície uniforme, no s'observen zones on clarament hi hagi hagut una disminució del gruix del recobriment corroborant els resultats obtinguts en el gràfic 12. En el cas de les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 es veu que la superfície no és uniforme i ha estat atacada de forma localitzada mostrant zones amb diferent gruix del recobriment.



Electròlit 1



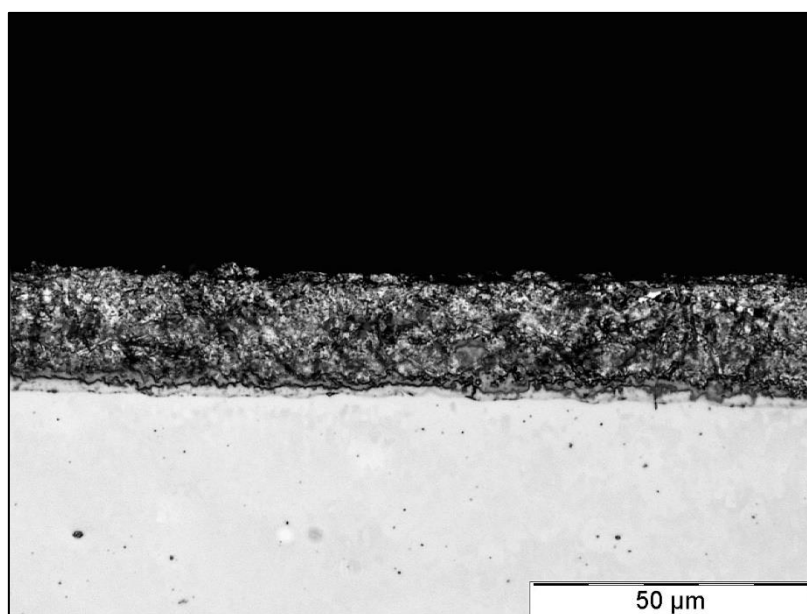
Electròlit 2



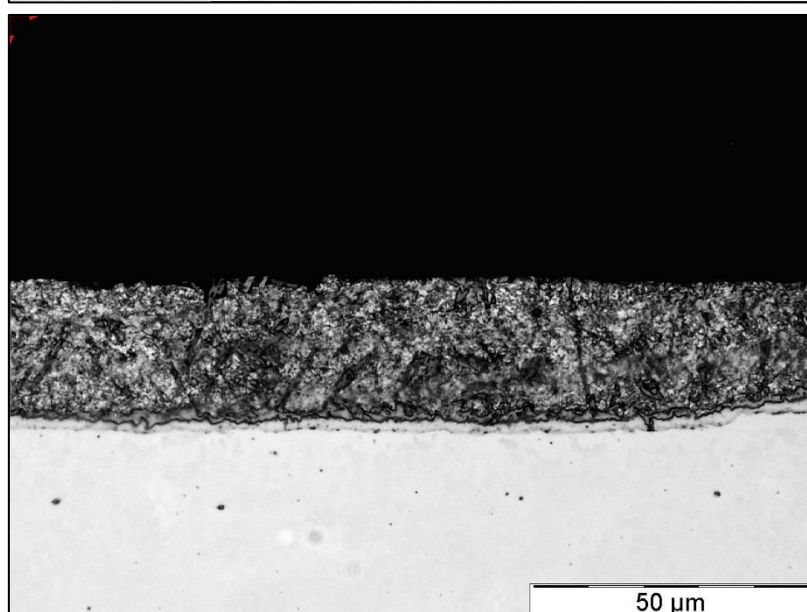
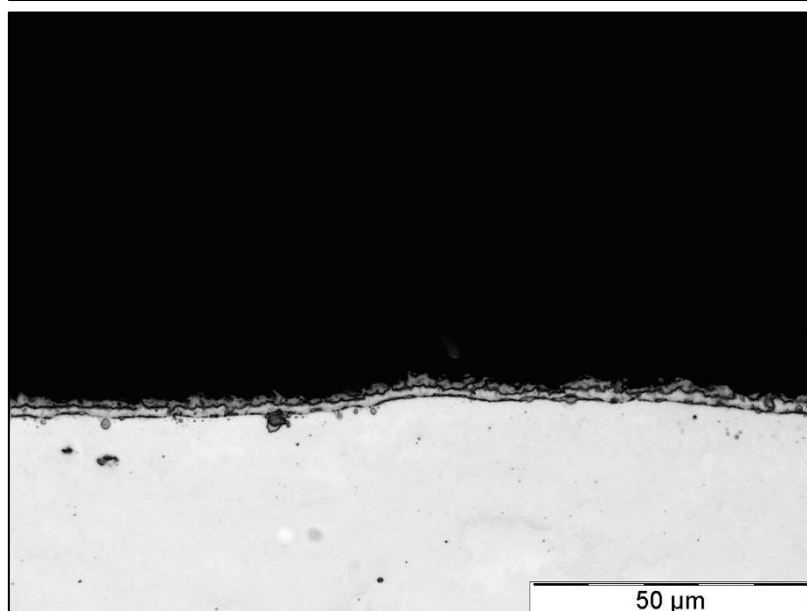
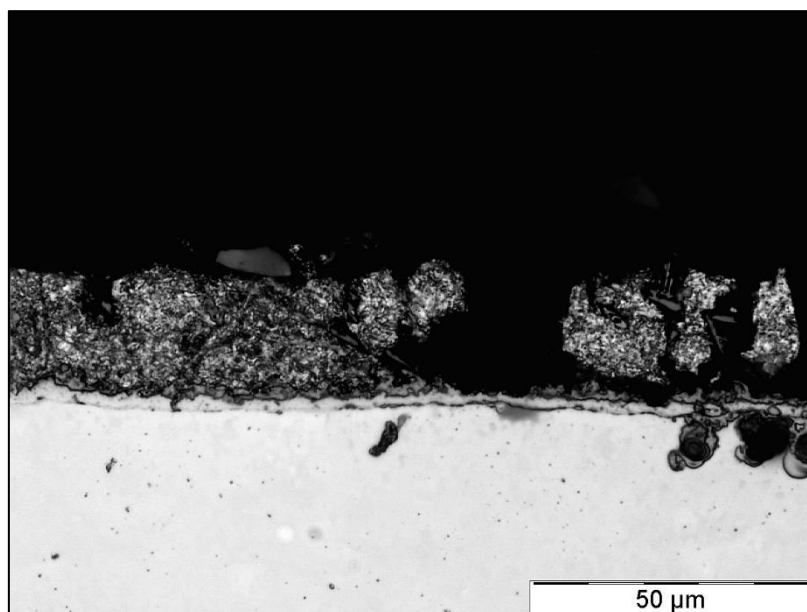
Electròlit 3

Fig.35 Imatges obtingudes amb el microscopi 3D

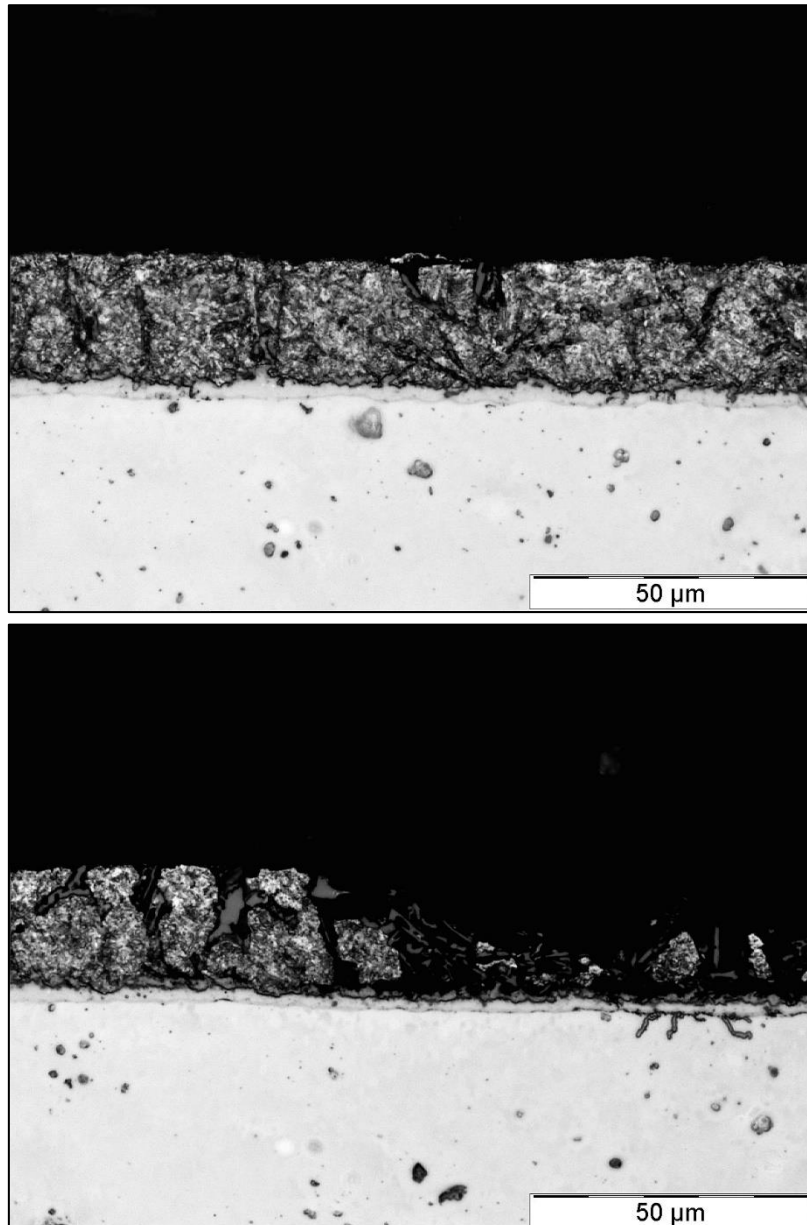
A la Fig.36 es mostren les imatges del recobriment després de l'assaig obtingudes mitjançant el microscopi òptic. En aquestes imatges es pot observar, tal i com s'ha vist en la Fig.35, les diferents morfologies observades. En el cas de la mostra assajada amb l'electròlit 1 s'observa una imatge on s'aprecia una morfologia molt semblant al llarg de tota la superfície, mentre que les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 s'observen 3 imatges on s'aprecia zones amb un recobriment molt prim i zones on el recobriment és molt semblant a l'inicial.

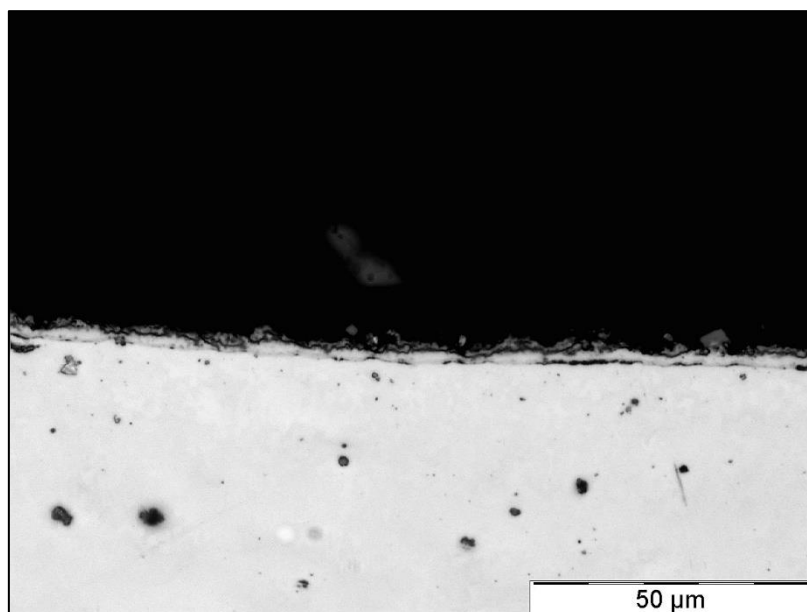


Electròlit 1



Electròlit 2





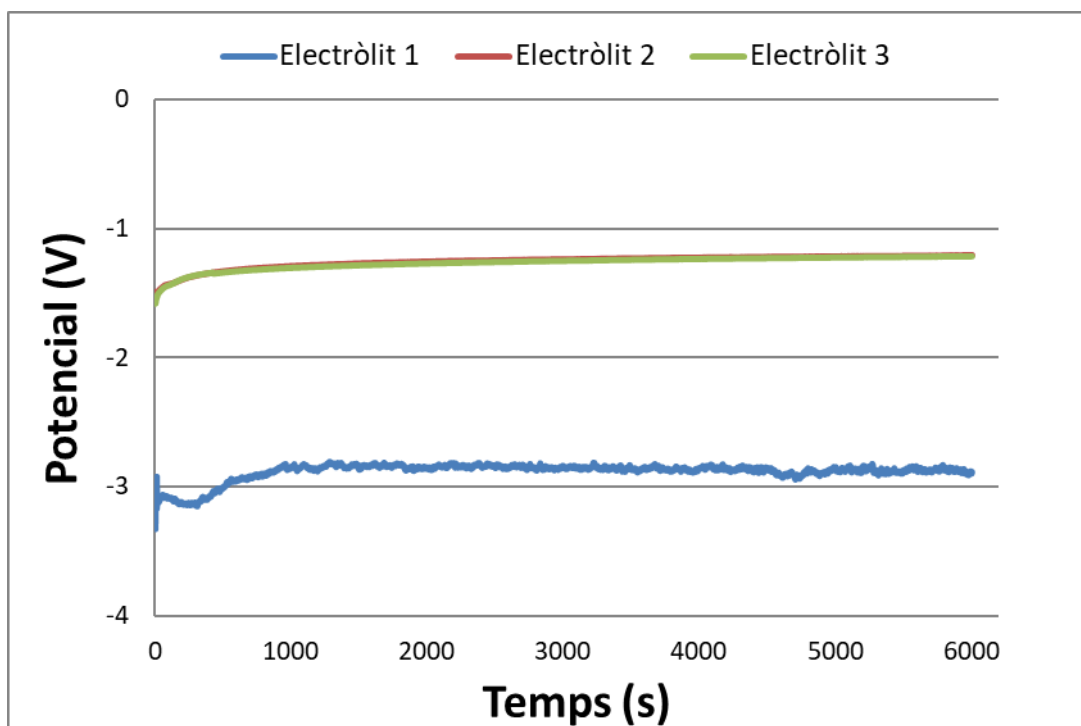
Electròlit 3

Fig.36 Imatges del recobriment de les mostres mitjançant microscopi òptic

2.3. Assaig Galvanoestàtic

2.3.1. Mostres estampades

Al Gràfic 13 es mostren els resultats obtinguts de l'assaig galvanoestàtic. Es pot observar que les mostres assajades amb els electrolits 2 i 3 s'estabilitzen a un potencial molt semblant i menys negatiu que la mostra assajada amb l'electròlit 1.



Gràfic 13. Resultats de l'assaig galvanoestàtic

A la Taula 18 es mostren els resultats del valor de potencial obtinguts en l'assaig galvanoestàtic. Es pot observar que les mostres assajades amb l'electròlit 1 s'estabilitzen a un potencial més negatiu que les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3.

		E_{corr} (V)
Electròlit 1	Mostra 1	-2,89
	Mostra 2	-6,18
Electròlit 2	Mostra 1	-1,21
	Mostra 2	-1,23
Electròlit 3	Mostra 1	-1,22
	Mostra 2	-1,25

Taula 18. Valors de potencial obtinguts de l'assaig galvanoestàtic

A la Taula 19 es mostren els valors mesurats del pH i de la conductivitat a l'inici i al final de l'assaig galvanoestàtic. Es pot veure que el pH al final de l'assaig disminueix notablement, mentre que la conductivitat al final de l'assaig té un valor molt semblant a l'inicial.

		pH		Conductivitat	
		inicial	final	inicial	final
Electròlit 1	Mostra 1	10,81	9,96	89 $\mu\text{S}/\text{Cm}$	87,8 $\mu\text{S}/\text{Cm}$
	Mostra 2	10,81	9,82	89 $\mu\text{S}/\text{Cm}$	86,6 $\mu\text{S}/\text{Cm}$
Electròlit 2	Mostra 1	10,81	9,34	77,9 mS/Cm	78,0 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,42	77,9 mS/Cm	76,2 mS/Cm
Electròlit 3	Mostra 1	10,81	9,67	75,7 mS/Cm	74,5 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,26	75,7 mS/Cm	73,7 mS/Cm

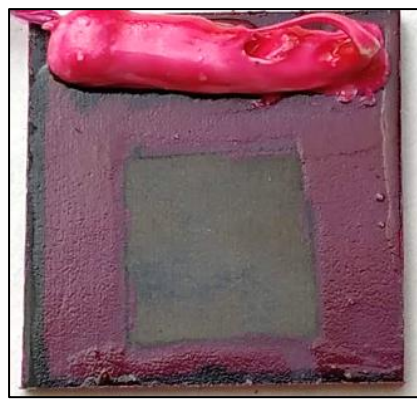
Taula 19. Resultats de la mesura pH i conductivitat

A la Fig.37 es mostra la imatge de la mostra assajada abans (imatge esquerra) i després de l'assaig (imatge dreta). Tal i com es pot observar no s'aprecien diferències en l'aspecte de la mostra un cop realitzat l'assaig electroquímic.

Inicial

Final

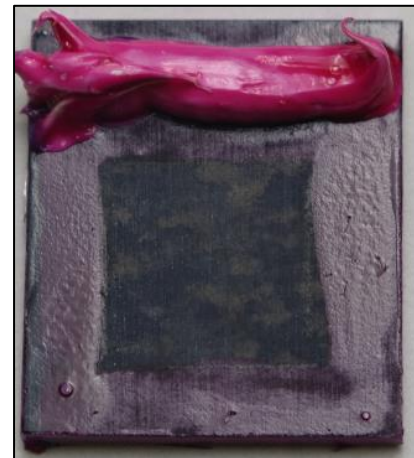
Electròlit 1



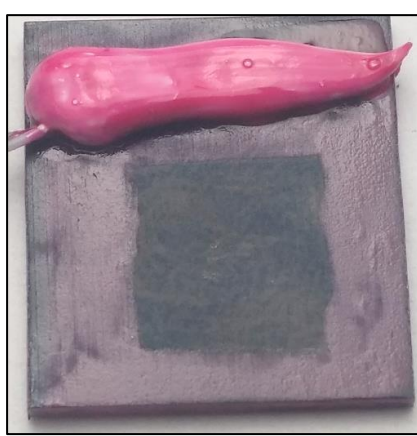
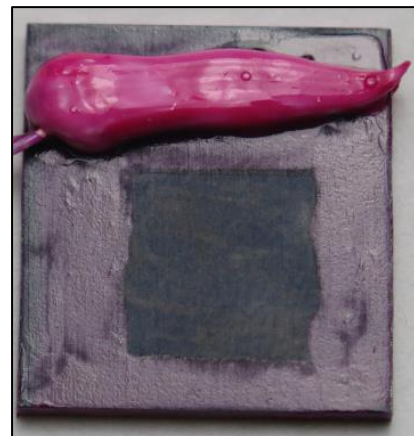
Electròlit 1



Electròlit 2



Electròlit 2



Electròlit 3



Electròlit 3

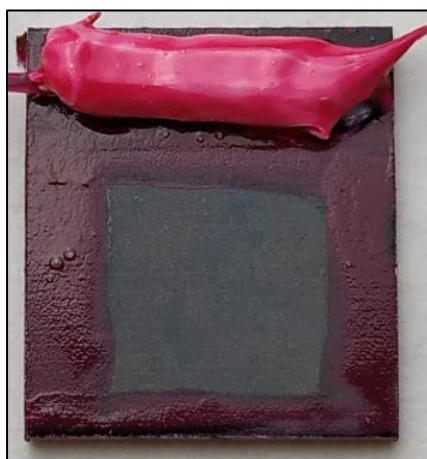
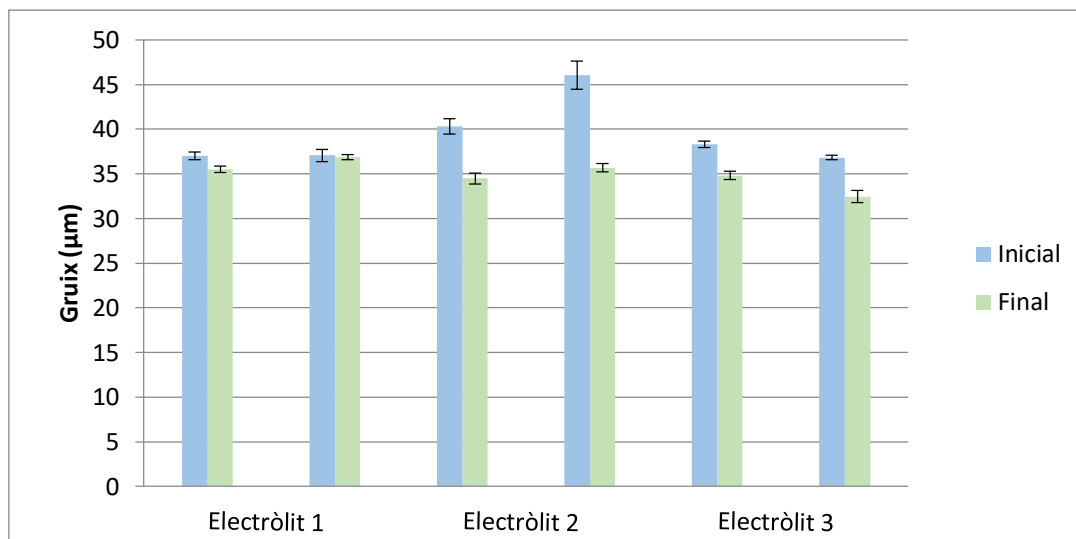


Fig.37 Imatges de les mostres abans i després de l'assaig

A la taula 20 es mostren els resultats obtinguts a la mesura del gruix del recobriment abans i després de l'assaig. Al Gràfic 14 es representen els resultats. Les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 presenten una pèrdua de gruix de recobriment més gran que les mostres assajades amb l'electròlit 1.

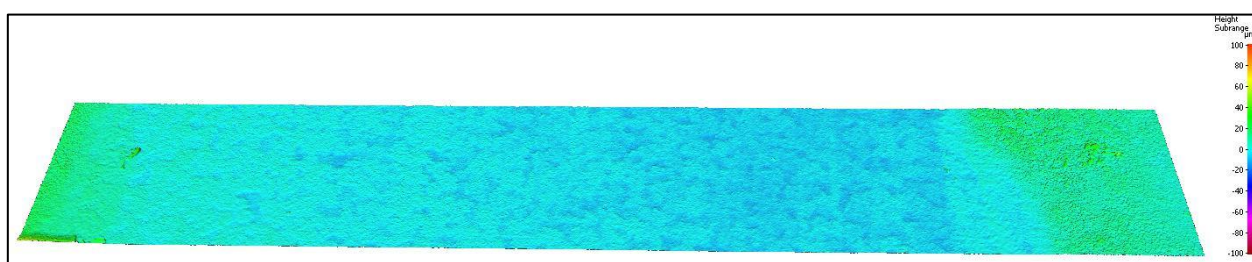
		Inicial	Final	% pèrdua de gruix
Electròlit 1	Mostra 1	$37,0 \pm 0,4$	$35,5 \pm 0,3$	4,1
	Mostra 2	$37,1 \pm 0,7$	$36,9 \pm 0,3$	0,5
Electròlit 2	Mostra 1	$40,3 \pm 0,8$	$34,5 \pm 0,6$	14,5
	Mostra 2	$46,0 \pm 1,6$	$35,7 \pm 0,5$	22,5
Electròlit 3	Mostra 1	$38,3 \pm 0,3$	$34,8 \pm 0,5$	9,1
	Mostra 2	$36,8 \pm 0,2$	$32,5 \pm 0,7$	11,8

Taula 20. Resultats de la mesura del gruix del recobriment

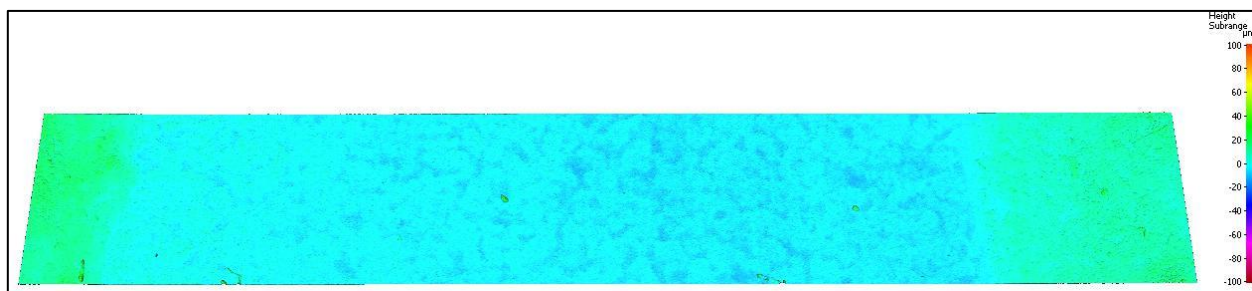


Gràfic 14. Gruix del recobriment abans i després de l'assaig

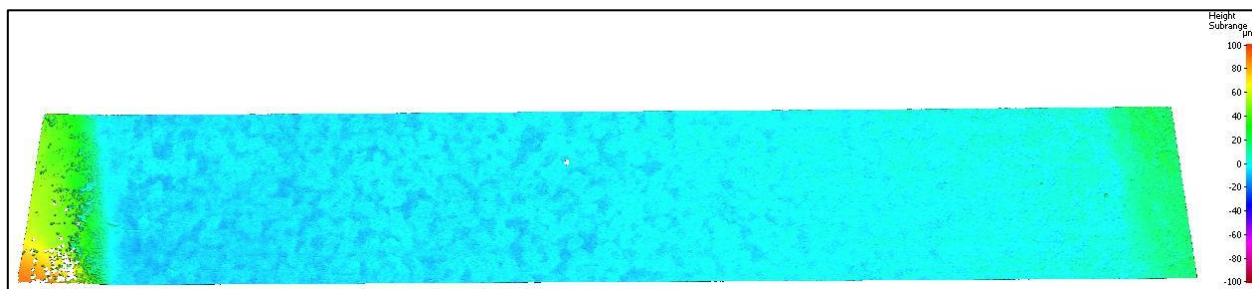
A la Fig.38 es mostren les imatges de les mostres després de l'assaig obtingudes amb el microscopi 3D. S'ha seleccionat una superfície de 15x2 mm a la zona central de la mostra. Tal com es pot observar a la Fig.38 la superfície de les mostres és uniforme, no es veuen zones sense recobriment.



Electròlit 1



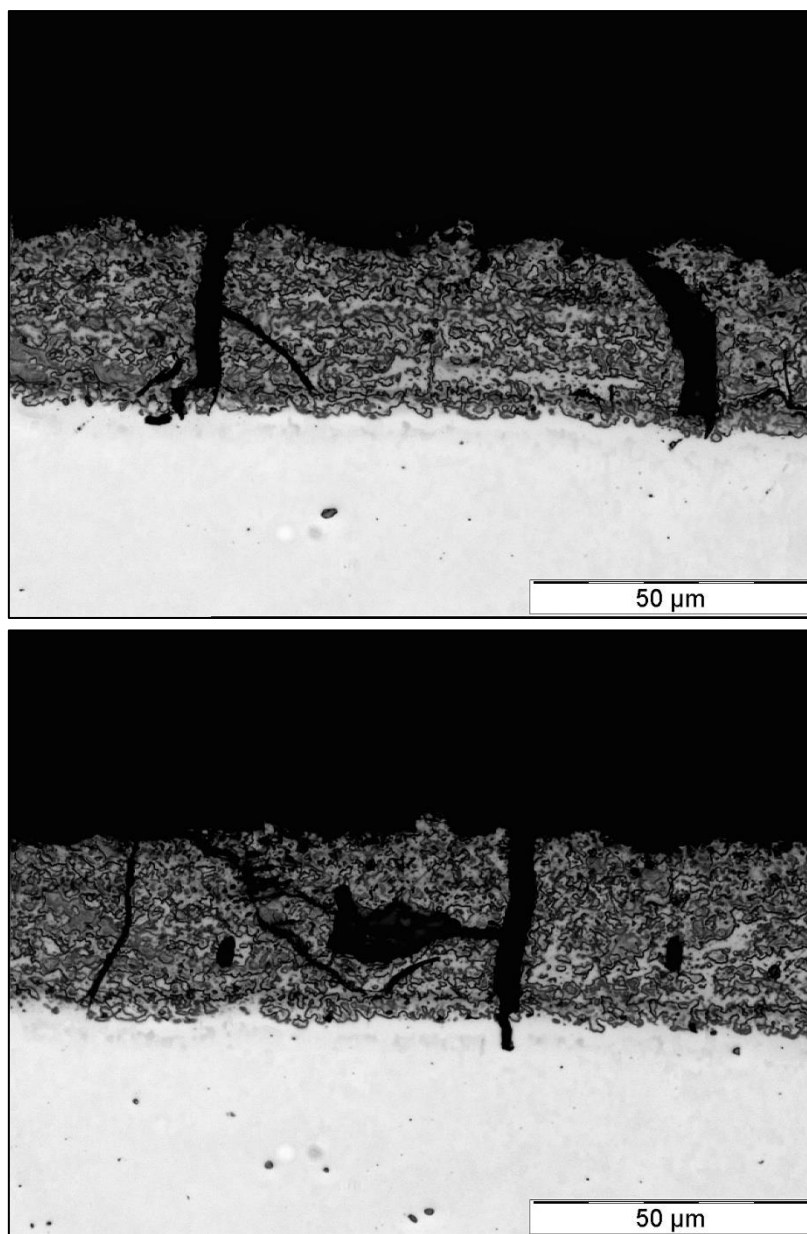
Electròlit 2



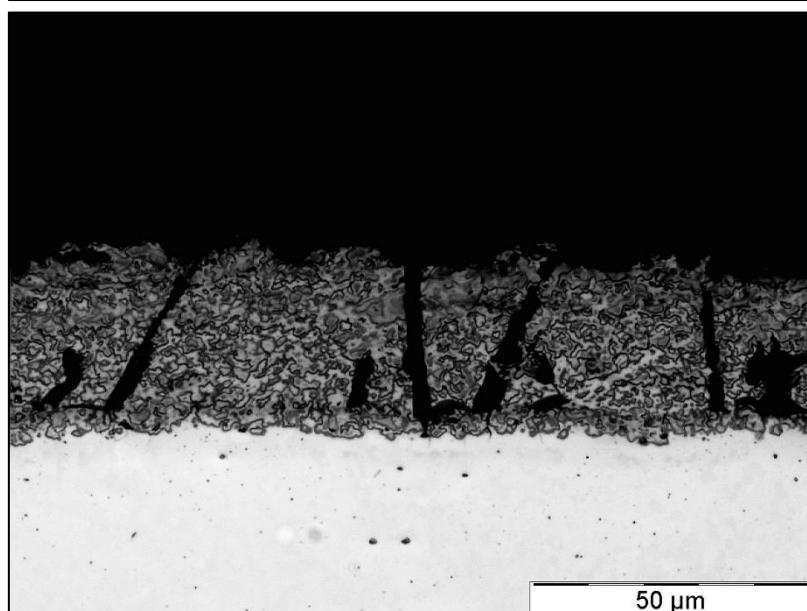
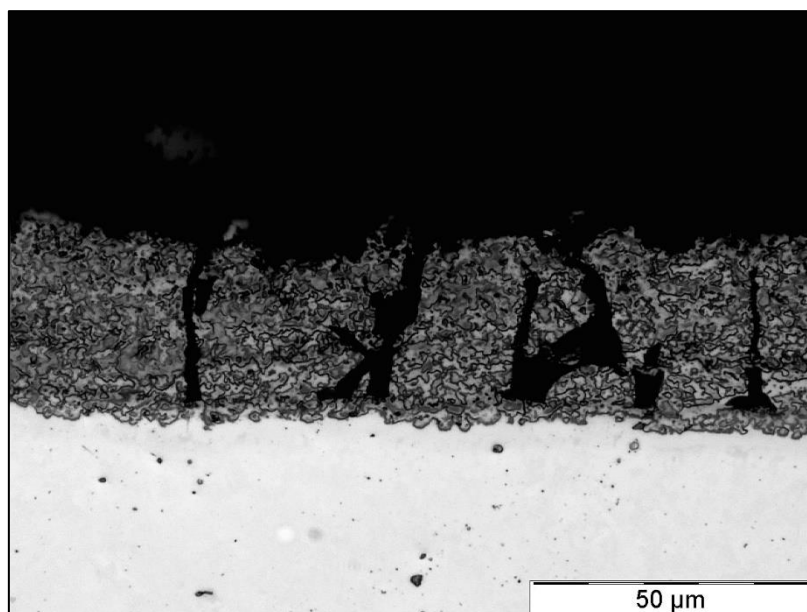
Electròlit 3

Fig.38 Imatges obtingudes amb el microscopi 3D

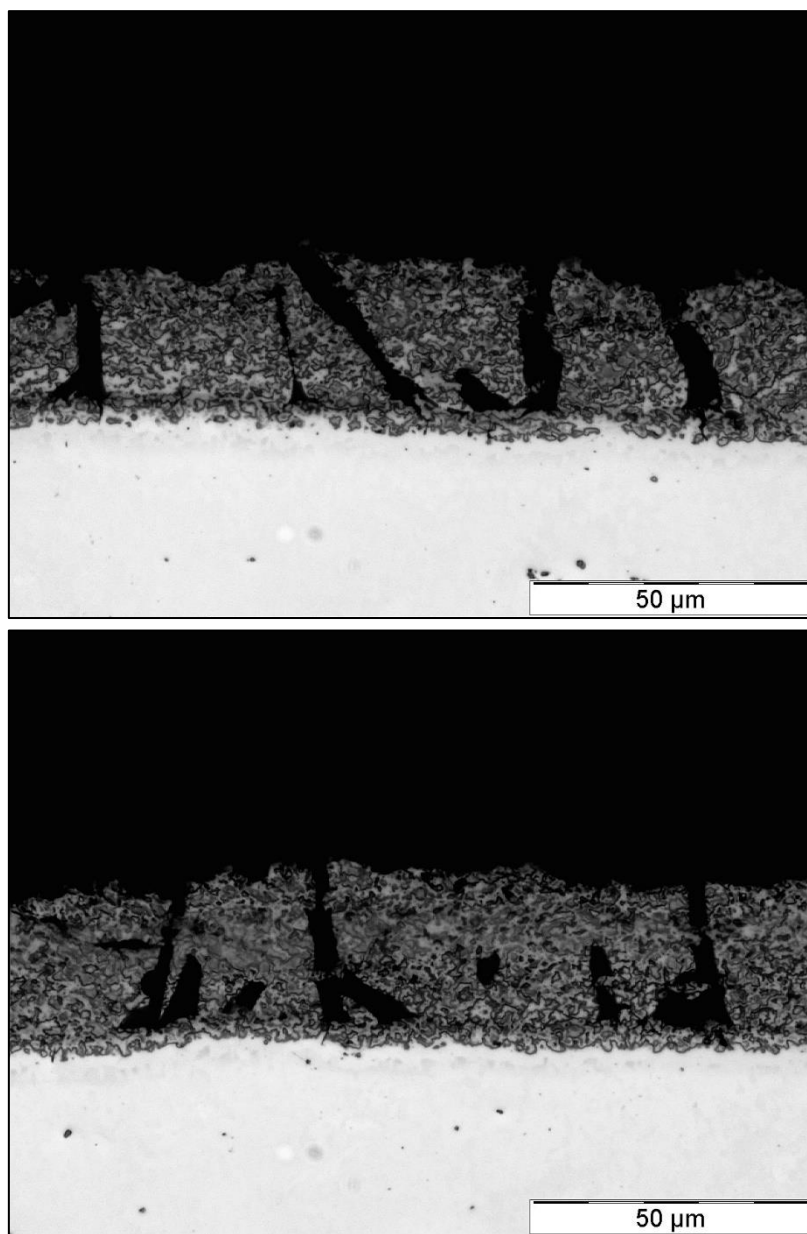
A la Fig.39 es mostren les imatges del recobriment després de l'assaig obtingudes mitjançant el microscopi òptic. S'han realitzat imatges en diferents zones de la mostra on s'aprecia que no hi ha zones amb un gruix de recobriment baix, sinó que el recobriment ha sigut atacat a través de les esquerdes inicials que tenia la mostra. A la taula 21 es mostra els resultats del càlcul de la densitat i amplada de les esquerdes en una mateixa longitud de mostra, es pot observar que les esquerdes mesurades un cop finalitzat l'assaig són molt més amples que les esquerdes inicials, demostrant que l'atac s'ha produït a aquesta zona.



Electròlit 1



Electròlit 2



Electròlit 3

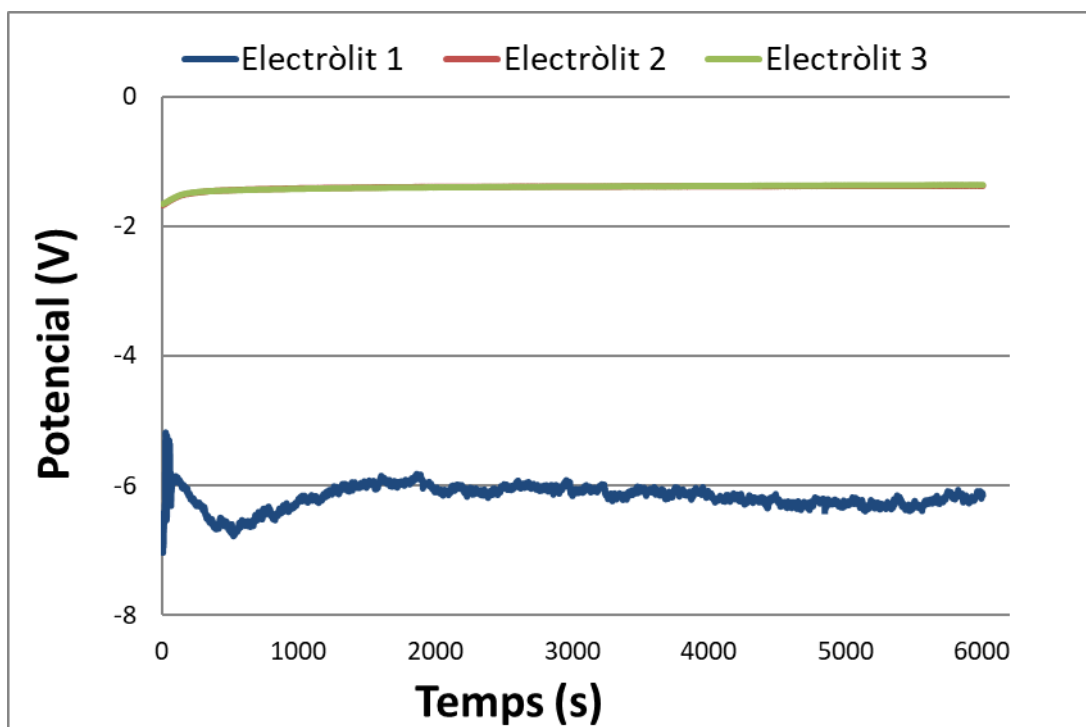
Fig.39 Imatges del recobriment de les mostres mitjançant microscopi òptic

	Densitat d'esquerdes (n° esquerdes / μm)	Amplada de les esquerdes (μm)
Inicial	0,020	$0,8 \pm 0,4$
Electròlit 1	0,025	$4,0 \pm 2,1$
Electròlit 2	0,043	$4,5 \pm 1,8$
Electròlit 3	0,036	$4,8 \pm 1,7$

Taula 21. Resultats de l'anàlisi de les esquerdes

2.3.2. Mostres no estampades

Al Gràfic 15 es mostren els resultats obtinguts de l'assaig galvanoestàtic. Es pot observar que les mostres assajades amb els electrolïts 2 i 3 s'estabilitzen a un potencial molt semblant i menys negatiu que la mostra assajada amb l'electrolït 1.



Gràfic 15. Resultats de l'assaig galvanoestàtic

A la Taula 22 es mostren els resultats del valor de potencial obtinguts en l'assaig galvanoestàtic. Es pot observar que les mostres assajades amb l'electrolït 1 tenen s'estabilitzen a un potencial més negatiu que les mostres assajades amb els electrolïts 2 i 3.

		E_{corr} (V)
Electròlit 1	Mostra 1	-6,15
	Mostra 2	-5,70
Electròlit 2	Mostra 1	-1,38
	Mostra 2	-1,38
Electròlit 3	Mostra 1	-1,36
	Mostra 2	-1,37

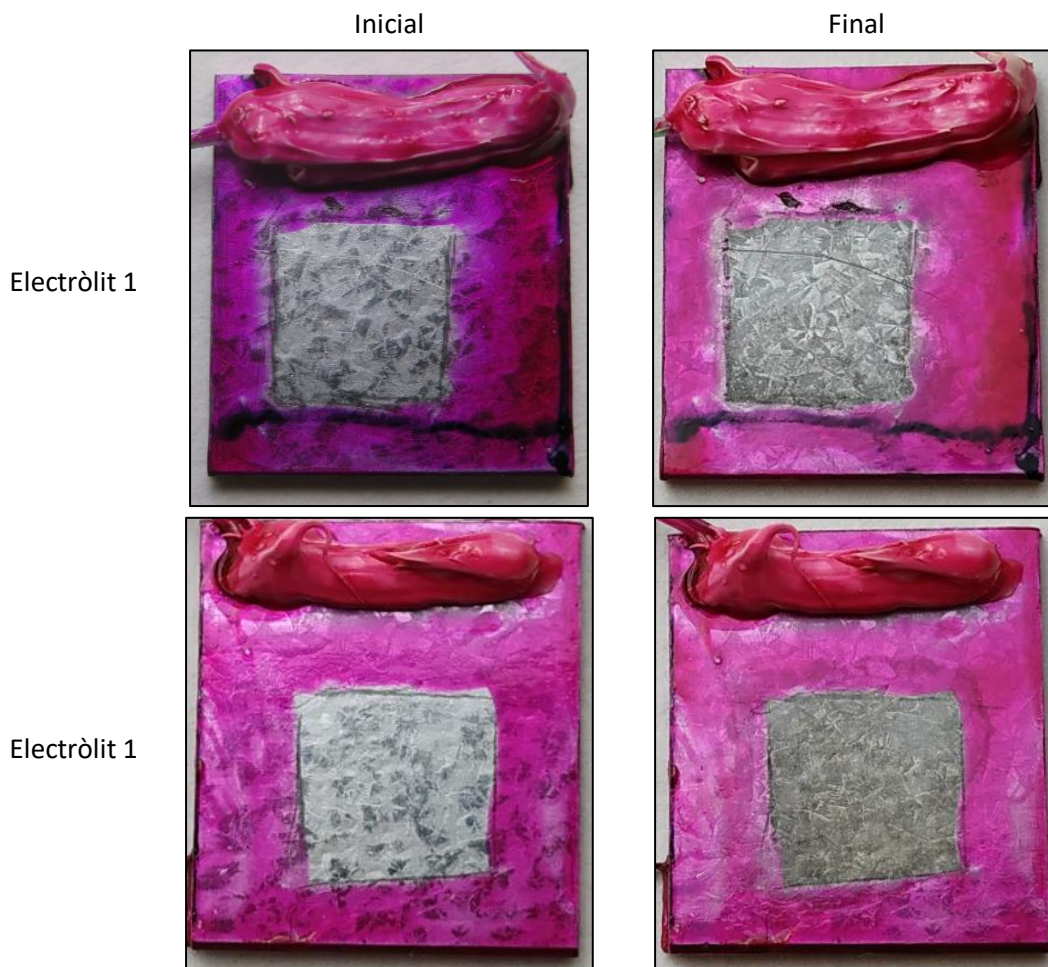
Taula 22. Valors de potencial de l'assaig galvanoestàtic

A la Taula 23 es mostren els valors mesurats del pH i de la conductivitat a l'inici i al final de l'assaig de l'assaig galvanoestàtic. Es pot veure que el pH al final de l'assaig disminueix notablement, mentre que la conductivitat al final de l'assaig té un valor molt semblant a l'inicial.

		pH		Conductivitat	
		inicial	final	inicial	final
Electròlit 1	Mostra 1	10,81	9,36	89 μ S/Cm	88,2 μ S/Cm
	Mostra 2	10,81	9,71	89 μ S/Cm	88,5 μ S/Cm
Electròlit 2	Mostra 1	10,81	9,26	77,9 mS/Cm	77,5 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,47	77,9 mS/Cm	76,8 mS/Cm
Electròlit 3	Mostra 1	10,81	9,37	75,7 mS/Cm	73,7 mS/Cm
	Mostra 2	10,81	9,24	75,7 mS/Cm	71,0 mS/Cm

Taula 23. Resultats de la mesura pH i conductivitat

A la Fig.40 es mostra la imatge de la mostra assajada abans (imatge esquerra) i després de l'assaig (imatge dreta). La superfície de les mostres al final de l'assaig s'ha vist afectada de manera homogènia.



Electròlit 2



Electròlit 2



Electròlit 3



Electròlit 3

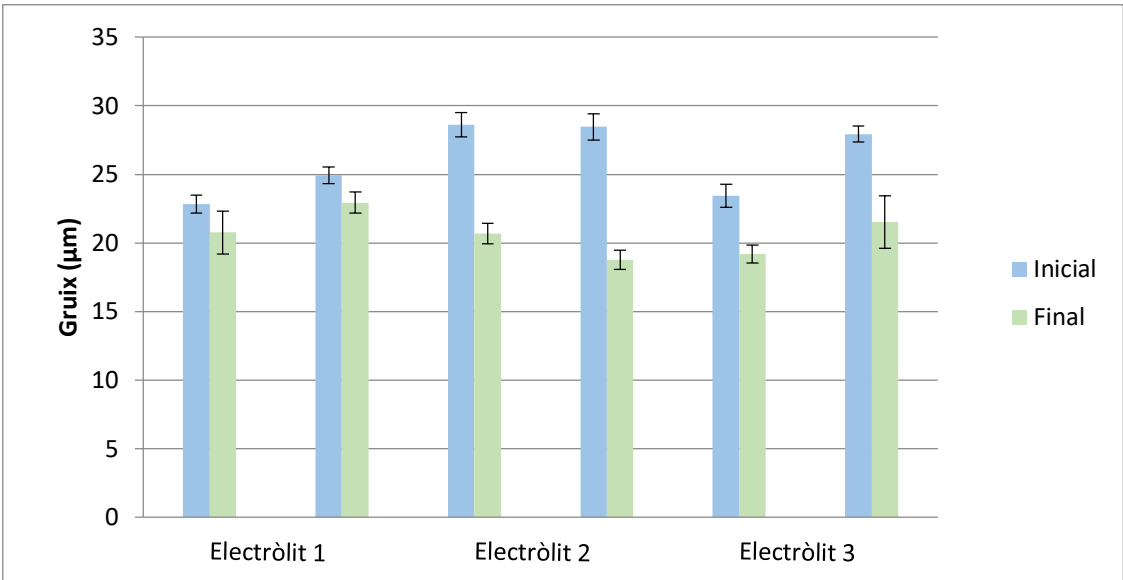


Fig.40 Imatges de les mostres abans i després de l'assaig

A la taula 24 es mostren els resultats obtinguts en la mesura del gruix del recobriment abans i després de l'assaig. Al Gràfic 16 es representen els resultats. Les mostres assajades amb els electrolits 2 i 3 presenten un percentatge de pèrdua de gruix del recobriment més gran que les mostres assajades amb l'electrolit 1.

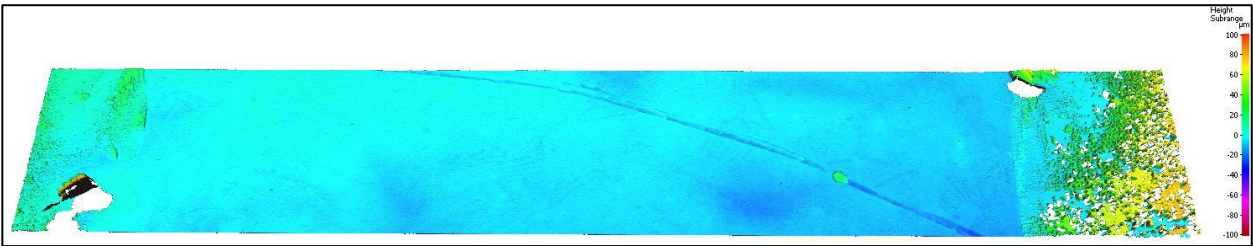
		Inicial	Final	% pèrdua de gruix
Electròlit 1	Mostra 1	22,8 ± 0,7	20,8 ± 1,6	9,0
	Mostra 2	24,9 ± 0,6	22,9 ± 0,8	8,0
Electròlit 2	Mostra 1	28,6 ± 0,9	20,7 ± 0,8	27,7
	Mostra 2	28,5 ± 1,0	18,8 ± 0,7	34,1
Electròlit 3	Mostra 1	23,4 ± 0,8	19,2 ± 0,7	18,1
	Mostra 2	27,9 ± 0,6	21,5 ± 1,9	23,0

Taula 24. Resultats de la mesura del gruix del recobriment

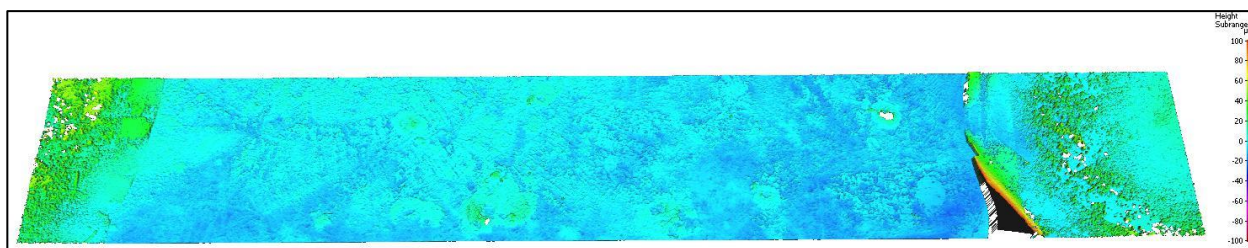


Gràfic 16. Gruix del recobriment abans i després de l'assaig

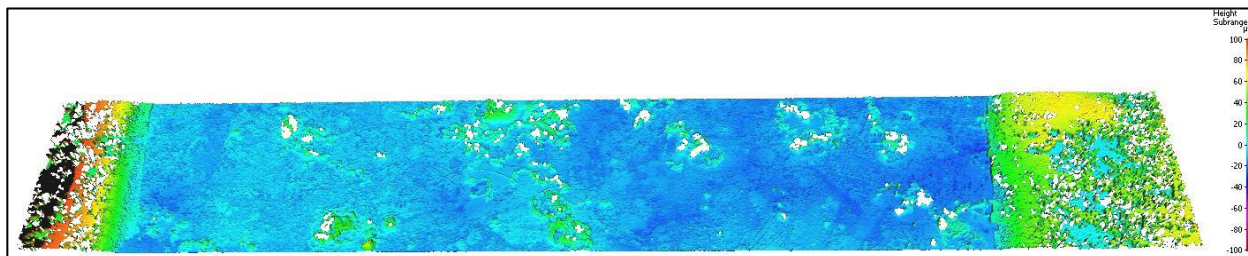
A la Fig.41 es mostren les imatges de les mostres després de l'assaig obtingudes amb el microscopi 3D. S’ha seleccionat una superfície de 15x2 mm a la zona central de la mostra. Les mostres assajades amb els electrolits 1 i 2 presenten una superfície més uniforme que les assajades amb l'electrolit 3.



Electròlit 1



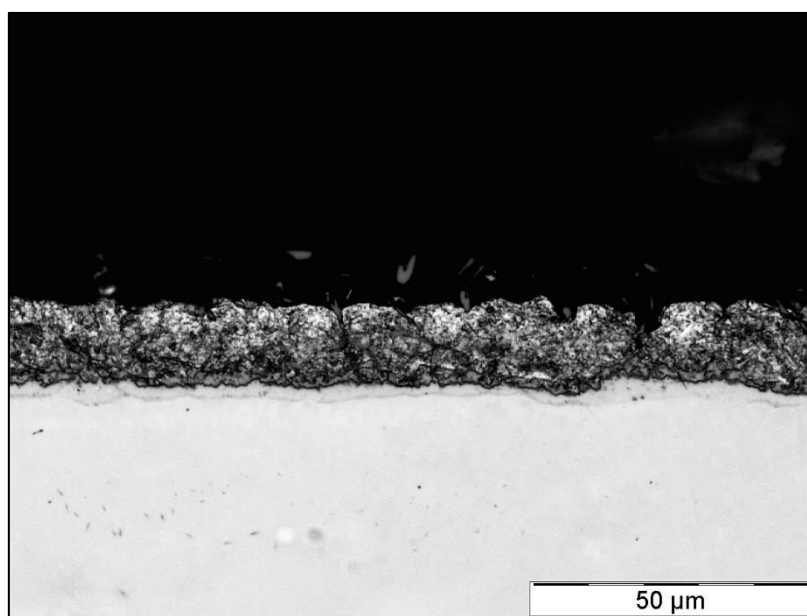
Electròlit 2



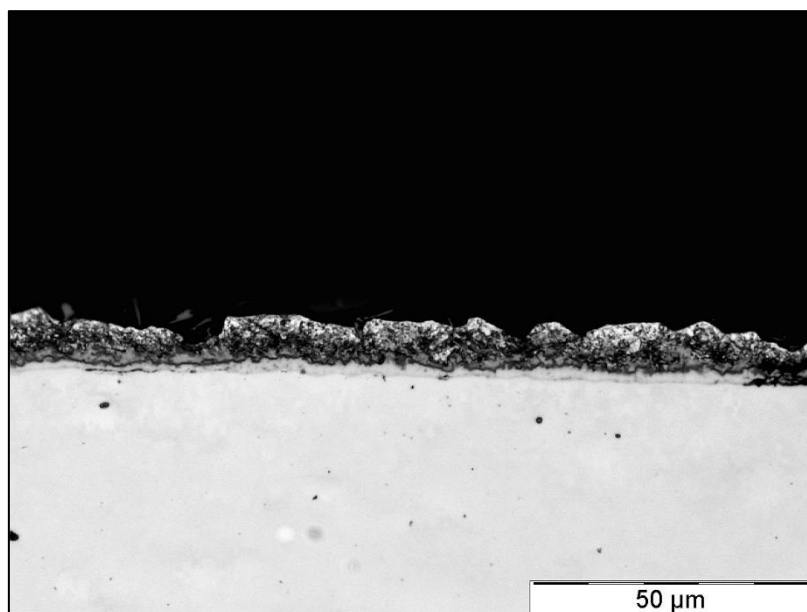
Electròlit 3

Fig.41 Imatges obtingudes amb el microscopi 3D

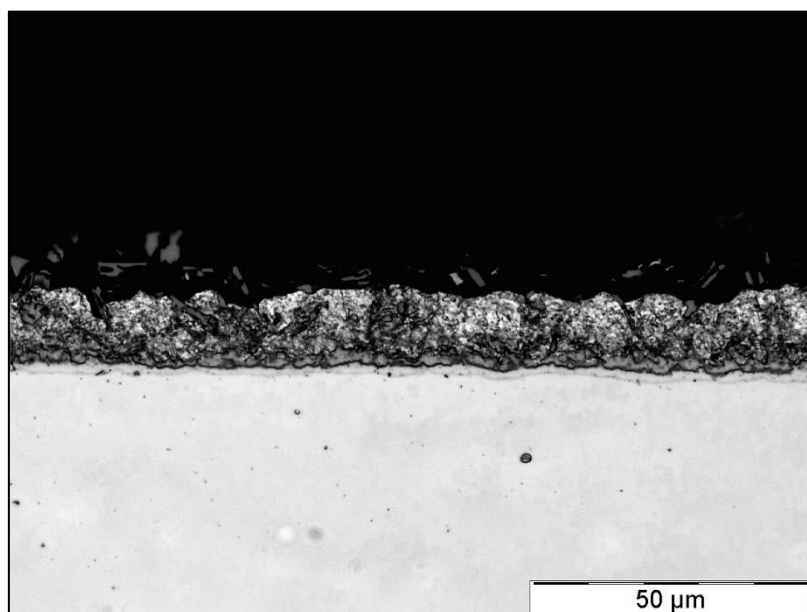
A la Fig.42 es mostren les imatges del recobriment després de l'assaig obtingudes mitjançant el microscopi òptic. S'ha seleccionat una zona de cada mostra degut a la homogeneïtat de la mostra.



Electròlit 1



Electròlit 2



Electròlit 3

Fig.42 Imatges del recobriment de les mostres mitjançant microscopi òptic

A la taula 25 es mostra un resum dels resultats del percentatge de pèrdua de gruix del recobriment de les mostres estampades. Tal com s'observa en els resultats de l'assaig de polarització lineal les mostres assajades amb l'electròlit 3 tenen un major percentatge de la pèrdua de gruix. En el cas dels assajos galvanoestàtic les mostres assajades amb l'electròlit 2 tenen un percentatge de pèrdua de gruix més gran.

	% Pèrdua de gruix del recobriment	
	Assaig polarització lineal	Assaig Galvanoestàtic
Electròlit 1	$1,1 \pm 0,1$	$2,3 \pm 2,5$
Electròlit 2	$48,8 \pm 18,5$	$18,5 \pm 5,7$
Electròlit 3	$65,7 \pm 0,4$	$10,5 \pm 1,9$

Taula 25. Resultats obtinguts del percentatge de pèrdua de gruix del recobriment de les mostres estampades

A la taula 26 es mostra un resum dels resultats del percentatge de pèrdua de gruix del recobriment de les mostres no estampades. L'assaig de polarització lineal té un percentatge major de pèrdua de gruix del recobriment en les mostres assajades amb l'electròlit 3. En el cas de l'assaig galvanoestàtic les mostres que tenen un percentatge major de pèrdua de gruix del recobriment són les mostres assajades amb l'electròlit 2.

	% Pèrdua de gruix del recobriment	
	Assaig polarització lineal	Assaig Galvanoestàtic
Electròlit 1	$0,8 \pm 0,6$	$8,5 \pm 0,7$
Electròlit 2	$6,1 \pm 7,7$	$30,9 \pm 4,6$
Electròlit 3	$30,0 \pm 2,3$	$20,5 \pm 3,4$

Taula 26. Resultats obtinguts del percentatge de pèrdua de gruix del recobriment de les mostres no estampades

Discussió de resultats

Tal i com s'ha explicat en la introducció del treball (punt 1.1.5) el principal problema en el desgast de les eines d'estampació en calent, és la produïda per la transferència de material de les xapes d'Usibor que han de ser estampades amb la matriu utilitzada per a dur a terme l'estampació.

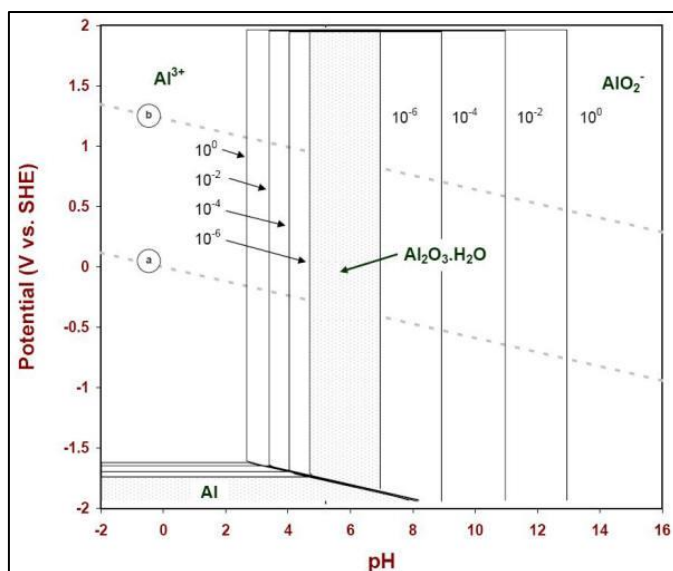
Per tant, en aquest apartat es comentarà l'evolució de l'electròlit seleccionat per tal de desenvolupar un procés electroquímic capaç d'afavorir l'eliminació del recobriment d'Alumini i Silici en els dos materials estudiats.

També es comenten els mecanismes de dissolució del recobriment observat en els diferents assajos electroquímics realitzats.

Selecció/Evolució de l'electròlit

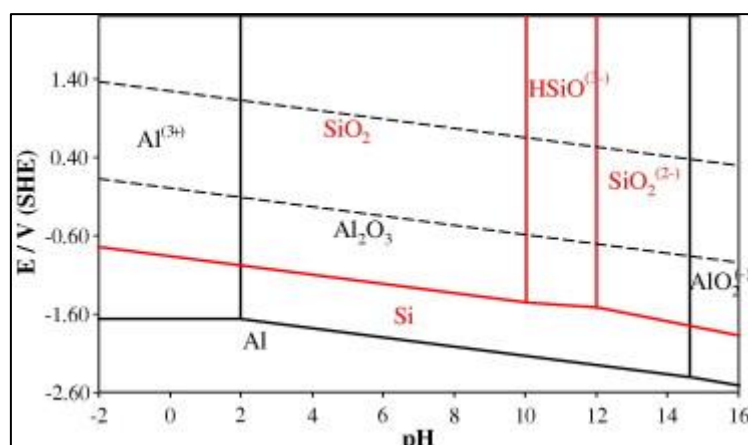
El primer electròlit que s'ha seleccionat (corresponent a l'electròlit 1), està format per aigua destil·lada ajustada a un pH de 10,8 mitjançant NaOH. L'ajust del pH a un valor tan bàsic és per buscar que els elements que formen el recobriment (Alumini i Silici), es transformin en espècies iòniques estables, d'aquesta manera s'afavoreix que siguin dissoltes en l'electròlit, i per tant es pugui eliminar més fàcilment el recobriment de la mostra.

Tal i com s'observa en el Gràfic 17, corresponent al diagrama de Pourbaix de l'Alumini, ens indica a diferents concentracions quin valor de pH necessitem per transformar l'òxid d'alumini en la seva forma iònica AlO_2^- . S'observa que a partir de valor de pH 7 depenent de la concentració ja podríem obtenir l'espècie desitjada.



Gràfic 17. Diagrama de Pourbaix de l'Alumini [25]

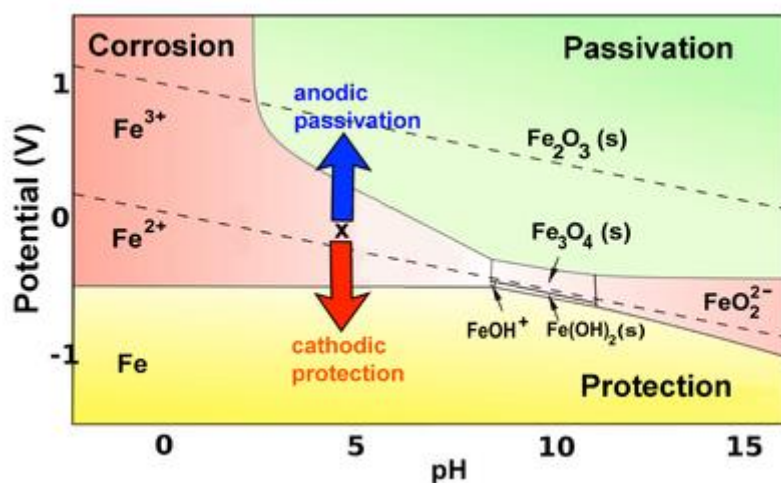
En el cas del Silici també s'ha observat el diagrama de Pourbaix (Gràfic 18).



Gràfic 18. Diagrama de Pourbaix del Silici[26]

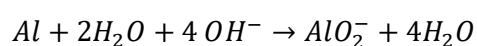
Tal i com es pot apreciar en el gràfic 18, a partir d'un valor de pH de 10, l'òxid de Silici es transforma en una espècie iònica estable. Per tal d'aconseguir que els dos materials es transformin en formes iòniques estables s'ha optat per la utilització d'un pH de valor superior a 10.

Observant el diagrama de Pourbaix del ferro (Gràfic 19) es veu que amb els rangs de potencials que s'ha realitzat l'estudi i amb el pH seleccionat el ferro treballa en la zona de protecció, de manera que no es veu afectat per l'assaig electroquímic.



Gràfic 19 Diagrama de Pourbaix del Ferro [27]

Aquest valor de pH inicial ha estat utilitzar per als 3 electròlits escollits. Tal i com s'observa en els resultats obtinguts en els assajos electroquímics, el pH final obtingut és inferior al pH inicial. Una causa de la baixada de pH és la reacció de l'Alumini present en el recobriments en la transformació a AlO₂⁻, seguint la següent reacció:



Tal i com s'observa en la reacció l'alumini consumeix OH^- , que causarà una disminució del pH de l'electròlit.

Els resultats dels assajos realitzats utilitzant l'electròlit 1 mostren que no hi ha una disminució clara del gruix del recobriment. Per tal de millorar aquests resultats, en el cas de l'electròlit 2 s'ha optat per afegir un 5% de NaCl, per tal d'augmentar la conductivitat de l'electròlit.

Amb l'augment de la conductivitat de la mostra s'obté una major velocitat de la cinètica de la reacció, i per tant una transformació més ràpida a les espècies iòniques que es volen obtenir. Això és degut a l'augment de sals en la solució que permetrà transportar més ràpidament l'energia elèctrica quan apliquem una càrrega elèctrica.

Observant els valor obtinguts, hi ha un increment en la pèrdua de gruix de recobriment en els assajos de polarització lineal (Taules 14 i 17) i en els assajos galvanostàtics (Taules 20 i 24).

En el cas de l'electròlit 3, s'ha afegit 2 g/l de Dodecil sulfat Sòdic, un tensioactiu aniònic. L'ús d'un tensioactiu provoca una disminució de la tensió superficial de la mostra. Aquesta disminució de la tensió superficial de la mostra causa la disminució de l'angle de contacte entre el líquid i la superfície, el que millora la mullabilitat de la mostra (Fig.43).

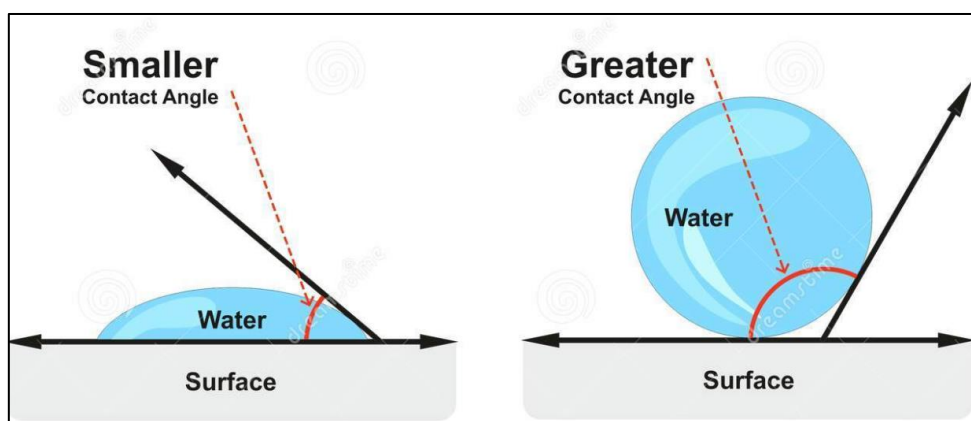


Fig.43 Angle de contacte [28]

Mecanisme de dissolució del recobriment

Tal i com s'observa en les imatges del recobriment de les mostres estampades obtingudes mitjançant el microscopi òptic (Fig.33), el recobriment de la mostra assajada amb l'electròlit 1 s'observa una imatge molt semblant a la imatge d'una mostra que no ha sigut assajada (Fig. 20) corroborant els resultats obtinguts del gruix del recobriment del Gràfic 10.

Si s'observen les imatges del recobriment (Fig.33) de les mostres estampades assajades amb els electròlits 2 i 3, es pot apreciar que hi ha zones on el recobriment és molt semblant a una mostra no assajada (Fig.20), zones on s'observa una part amb recobriment i una part amb poc recobriment, i zones on només s'aprecia un recobriment petit.

Observant la imatge obtinguda amb el microscopi 3D (Fig. 32), s'observa una cosa molt semblant, hi ha zones on no s'ha dissolt pràcticament gens el recobriment, i zones on hi ha un gruix molt petit de recobriment.

En el cas de les mostres no estampades de l'assaig de polarització lineal, s'observa a la Fig. 36 que les mostres assajades amb l'electròlit 1, tenen una aparença molt semblant a una mostra no assajada (Fig.19), veient que no hi ha hagut una pèrdua de gruix del recobriment tal i com mostren els valors de gruix del recobriment observats en el Gràfic 12.

Observant la imatge de les mostres de l'electròlit 2 i 3 (Fig.36) es veu que hi ha zones on hi ha hagut pèrdua del recobriment, zones on s'aprecia que ha afectat el recobriment, i zones on el recobriment és molt baix.

Si s'observen les imatges obtingudes amb el microscopi 3D (Fig.35) s'aprecia que en el cas de l'electròlit 2, hi ha grans àrees amb un recobriment molt baix. En el cas de les mostres assajades amb l'electròlit 3, aquestes zones estan més repartides al llarg de la mostra.

En el cas de les mostres estampades dels assajos galvanostàtics, s'observa que les mostres estampades presenten una imatge molt semblant entre elles. Si s'observa la imatge de la mostra no assajada (Fig.20), s'observa que hi ha unes petites esquerdes molt fines al llarg del recobriment. Si es miren les imatges del recobriment de les mostres un cop assajades (Fig.39) s'observa com aquestes esquerdes s'han fet molt més amples (Taula 21), i fins i tot fent cavitats que uneixen diferents esquerdes. En el cas de l'electròlit 1, aquestes esquerdes són menys nombroses que les observades amb les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3.

Observant les imatges obtingudes amb el microscopi 3D (Fig.38), s'observa com no s'aprecien àrees amb un recobriment baix, sinó que sembla que tota l'àrea sigui més uniforme, mostrant que en aquest cas el recobriment s'ha vist afectat més en la zona de les esquerdes i no uniformement.

En el cas de les mostres no estampades, s'observa que el recobriment s'ha vist afectat més uniformement al llarg de tota la mostra, presentant zones amb més o menys recobriment. Les imatges obtingudes amb el microscopi 3D (Fig.41) mostren que les mostres assajades amb els electròlits 2 i 3 tenen zones amb el recobriment més baix que les mostres assajades amb l'electròlit 1, corroborant les dades obtingudes en la mesura del gruix del recobriment (Gràfic 16).

Conclusions

Després de la realització dels assajos electroquímics, de la caracterització de les mostres i el tractament de dades s'han obtingut les següents conclusions:

- L'ús d'aigua destil·lada ajustada a pH 10,8 (Electròlit 1) no ha estat capaç d'eliminar clarament el gruix del recobriment en els assajos electroquímics.
- Un augment de la conductivitat de la mostra, afegint NaCl a l'electròlit (Electròlit 2), ha afavorit a una gran disminució del gruix de recobriment, tant en l'assaig de polarització lineal, com en l'assaig galvanoestàtic, en els dos materials estudiats.
- La millora de la mullabilitat de la mostra, afegint un tensioactiu a l'electròlit (Electròlit 3), s'ha vist afectada amb un augment de la pèrdua de recobriment, vist més clarament en els assajos de polarització lineal.
- Les mostres assajades en l'assaig de polarització lineal, mostren una superfície molt heterogènia, i tal com s'observa amb les imatges del microscopi, hi ha zones amb molt recobriment, zones on s'aprecia que es trenca el recobriment, i zones on hi ha un recobriment molt baix en els dos materials estudiats.
- En el cas de les mostres estampades assajades en l'assaig galvanoestàtic, s'observa que el recobriment ha sigut atacat per les esquerdes inicials que tenia el recobriment abans de l'assaig, fent que aquestes siguin molt més amples, i formant cavitats, en alguns casos, que uneixen aquestes esquerdes.
- Les mostres no estampades assajades en l'assaig galvanoestàtic, presenten un recobriment més homogeni al llarg de la superfície, presentant zones amb més o menys recobriment.
- Les mostres assajades amb l'electròlit 3 en l'assaig de polarització lineal tenen un major percentatge de pèrdua de gruix del recobriment tant en les mostres estampades com en les mostres no estampades.
- Les mostres assajades amb l'electròlit 2 en l'assaig galvanoestàtic tenen un major percentatge de pèrdua de gruix del recobriment tant en les mostres estampades com en les mostres no estampades.

Agraïments

Primer de tot vull agrair a l'Esther Bartolí Soler, directora d'aquest treball, així com a la Dra. Sílvia Molas i al Dr. Amadeu Concustell, que han sigut els meus tutors a Eurecat Manresa, per a donar-me l'oportunitat de realitzar el Treball de Fi de Grau a Eurecat Manresa i per tota l'ajuda, consells i coneixement que m'han donat.

També agrair a tots els companys d'Eurecat Manresa que m'han donat ajuda, consells i opinions, com l'Anna Barrero, Marc Martínez, Mariano Planells...

Finalment també agrair als membres de la meva família, per la seva gran paciència al llarg de totes les hores dedicades al treball i en general, a tota la carrera.

Bibliografia

- [1] T. Gómez, J. M. Navarro, E. Águeda y J. L. García, Estructuras del vehículo, Madrid: Ediciones Paraninfo, 2016.
- [2] «Autoform,». Disponible: <https://www.autoform.com/es/glosario/springback/>. [Últim accés: 21 Febrero 2019].
- [3] K.-i. Mori, «Hot Stamping of Ultra-High Strength Steel Parts,» Toyohashi, 1995.
- [4] J. Pujante, «Wear Mechanisms in Press,» Manresa, 2015.
- [5] P. Hu, L. Ying y B. He, Hot Stamping Advanced Manufacturing Technology of Lightweight Car Body, Beijing: Springer, 2017.
- [6] C. Allély, L. Dosdat, O. Clauzeau, K. Ogle y P. Volovitch, Anticorrosion mechanisms of aluminized steel for hot stamping, Paris, 2014.
- [7] «Automotive,». Disponible: https://automotive.arcelormittal.com/usibor_ductibor. [Últim accés: 11 Març 2019].
- [8] H. Karbasian y A. Tekkaya, A review on hot stamping, Dortmund, 2010.
- [9] L. Pelcastre, J. Hardell y B. Prakash, Galling Mechanisms during interaction of tool steel and Al-Si coated ultra-high strength steel at elevated temperature, 2013.
- [10] «Maquinaria10,». Disponible: <https://maquinaria10.com/recursos/pdfs/mg-sierra-cinta-k-260-m.pdf>. [Últim accés: 2 Març 2019].
- [11] «Vac Aero,». Disponible: <https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/1168-metallographic-preparation-of-tool-steels.html>. [Últim accés: 2 Març 2019].
- [12] «TP Laboratorio Químico,». Disponible: <https://www.tplaboratorioquimico.com/laboratorio->

quimico/materiales-e-instrumentos-de-un-laboratorio-quimico/phmetro.html. [Últim accés: 2 Març 2019].

[13] «Omni Control,». Disponible: <https://www.omnicontrols.com/product/hanna-calibration-check-ph-meter-with-0-001-resolution/>. [Últim accés: 2 Març 2019].

[14] «Hanna,». Disponible: <http://www.hannacan.com/PDF/manHI221-223.pdf>. [Últim accés: 2 Març 2019].

[15] «Crison,». Disponible: <http://www.crisoninstruments.com/es/laboratorio/multimetro/multimetro-de-sobremesa/multimetro-mm-41>. [Últim accés: 2 Març 2019].

[16] «NLab,». Disponible: <http://www.nlab.pl/pl/produkty/elektrochemia/Potencjostaty-AUTOLAB/autolab-pgstat-302n.html>. [Últim accés: 2 Març 2019].

[17] «Enciclopèdia.cat,». Disponible: <https://www.enciclopedia.cat/EC-GEC-0234881.xml>. [Últim accés: 3 Març 2019].

[18] «Microscopesales,». Disponible: <https://www.microscopesales.co.uk/olympus-microscopes/materials-science-microscopes/olympus-gx71.html>. [Últim accés: 3 Març 2019].

[19] «Alicona,». Disponible: <https://www.alicon.com/en/products/infinitefocussl/>. [Últim accés: 3 Març 2019].

[20] «Struers,». Disponible: <https://www.struers.com/es-ES/Knowledge/Mounting/Hot-mounting#hot-mounting-how-to>. [Últim accés: 3 Març 2019].

[21] «Buehler,». Disponible: <https://www.buehler.com/PDF/Service/SimpliMet-1000-PM-Package-Flyer.pdf>. [Últim accés: 6 Març 2019].

[22] «Spectrographic,». Disponible: <https://spectrographic.co.uk/products/struers-rotapol-11>. [Últim accés: 6 Març 2019].

[23] «Roughness testers,». Disponible: <http://m.roughnesstesters.com/thickness-gauge/coating-thickness-gauge/ultrasonic-paint-film-thickness-gauge.html>. [Últim accés: 9 Març 2019].

- [24] «Gamry,». Disponible: <https://www.gamry.com/application-notes/corrosion-coatings/basics-of-electrochemical-corrosion-measurements/>. [Últim accés: 23 Març 2019].
- [25] «Corrosion doctors,». disponible: <https://corrosion-doctors.org/Corrosion-Thermodynamics/Potential-pH-diagram-aluminum.htm>. [Últim accés: 20 Agost 2019].
- [26] S. Milenkovic, V. Dalbert, R. Marinkovic y A. Walter, «Selective matrix dissolution in an Al–Si eutectic,» 2009.
- [27] «Chem libre texts,». Disponible: [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Inorganic_Chemistry/Book%3A_Inorganic_Chemistry_\(Wikibook\)/Chapter_04%3A_Redox_Stability_and_Redox_Reactions/4.5%3A_Pourbaix_diagrams](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Inorganic_Chemistry/Book%3A_Inorganic_Chemistry_(Wikibook)/Chapter_04%3A_Redox_Stability_and_Redox_Reactions/4.5%3A_Pourbaix_diagrams). [Últim accés: 19 Agost 2019].
- [28] «Dreams time,». Disponible: <https://es.dreamstime.com/stock-de-ilustraci%C3%B3n-ejemplo-del-diagrama-del-%C3%A1ngulo-de-contacto-de-la-burbuja-del-agua-image92206329>. [Últim accés: 24 Agost 2019].